



**HAL**  
open science

# Etude et développement de structures fibreuses nontissées dédiées à la filtration de particules fines dans l'air.

Julien Payen

► **To cite this version:**

Julien Payen. Etude et développement de structures fibreuses nontissées dédiées à la filtration de particules fines dans l'air.. Mécanique [physics.med-ph]. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2009. Français. NNT: . tel-00474263

**HAL Id: tel-00474263**

**<https://theses.hal.science/tel-00474263>**

Submitted on 19 Apr 2010

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



N°: \_\_\_\_\_

UNIVERSITÉ DE VALENCIENNES ET DU HAINAUT-CAMBRÉSIS

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR

Spécialité : Énergétique, Matériaux

Préparée au Laboratoire du GÉNIE des Matériaux TEXTiles

Présentée par

Julien PAYEN

Etude et développement de structures fibreuses  
nontissées dédiées à la filtration de particules fines  
dans l'air.

Soutenance prévue le 10 décembre 2009 devant le jury composé de :

Prof. D. THOMAS	Président du Jury
Dr. J.F. BLOCH	Rapporteur
Prof. A. Bernis	Rapporteur
Dr. D. KESER	Examineur
Prof. A. LERICHE	Examineur
Prof. A. PERWUELZ	Directrice de thèse
Dr. P. VROMAN	Co-directeur de thèse
Dr. M. LEWANDOWSKI	Co-directeur de thèse



## Remerciements

Un moment émouvant pour le doctorant que je suis est le moment où il entreprend d'écrire ses remerciements. Tout d'abord, cela signifie que la fin est proche, ce qui en soi est une bonne nouvelle. Mais surtout, cela permet de remercier toutes les personnes qui ont supportées mes humeurs, mes blagues etc. Avant de remercier des personnes, je souhaite remercier les instances, notamment Up-Tex qui a labellisé le projet. Mais surtout le FEDER et la Région Nord Pas de Calais qui m'ont financé afin de réaliser ce projet dans les meilleures conditions. Cela prouve l'attachement de ces instances à redynamiser l'héritage textile de cette région en alliant recherche et industrie.

Que serait un thésard sans son directeur de thèse ? N'ayant pas de réponses, je dirais que dans mon cas, ma directrice de thèse, Madame Anne Perwuelz, Professeur des Universités à l'ENSAIT, m'a donné le goût pour la recherche et ce depuis la fin de mon cursus ingénieur. Je la remercie pour les conseils, pour la confiance qu'elle m'a donnée et pour m'avoir laissé une si grande autonomie. Je voudrais remercier Monsieur Philippe Vroman, Maître de Conférences à l'ENSAIT, qui, grâce à son pragmatisme et à son sens de l'objectivité, m'a apporté énormément de savoir dans la compétence des nontissés. Il m'a en outre, permis de développer mon sens de l'analyse et de l'organisation tout en freinant mon irrémédiable précipitation sur mes conclusions. Je remercie également Madame Maryline Lewandowski, Maître de Conférences à l'ENSAIT, pour avoir supervisé cette thèse avec un regard critique et des conseils avisés. Je remercie mes trois encadrants, pour tous les bons et mauvais moments passés, qui finalement, aboutissent à des liens dépassant le cadre du travail. Leur compagnie restera une expérience unique.

Je tiens aussi à remercier Eric Devaux, professeur des universités à l'ENSAIT et directeur du laboratoire GEMTEX, de m'avoir accueilli au sein du laboratoire.

Je remercie plus particulièrement Alain Bernis (Professeur à l'Université de Savoie) et Jean-Francis Bloch (Maître de Conférences à l'INP de Grenoble) pour avoir accepté d'être rapporteurs de cette étude, à Dieter Keser (Directeur Recherche chez Hills Inc.) et Dominique Thomas (Professeur à l'Université Henri Poincaré) pour avoir accepté d'être examinateurs et pour l'honneur qu'ils me font de participer au jury. Je tiens aussi à remercier Anne Leriche (Professeur à l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis) pour avoir accepté la charge de présider la commission d'examen de cette thèse.

J'adresse mes remerciements à tous les membres du consortium du projet pour les échanges très instructifs qui se sont produits lors de nos réunions. Notamment Laetitia Delaeter de la société MACOPHARMA pour sa gentillesse et l'accès au banc de filtration et les nombreux échantillons. Vincent Colas de la société THUASNE, pour la rapidité des résultats sur leur banc de filtration et aussi la disponibilité des échantillons.

J'exprime mes remerciements aux ingénieurs d'études, techniciens, et agents de l'ENSAIT et du GEMTEX, plus particulièrement Christian Catel qui, avec son expérience m'a grandement aidé. La liste ne serait pas complète sans remercier l'ensemble des enseignants/chercheurs du GEMTEX qui m'ont aidé de près ou de loin et avec qui j'ai passé d'agréables moments.

Outre les membres du GEMTEX et de l'ENSAIT, je souhaite remercier Philippe Vancoetsem et Michel Caucheteux (techniciens sur la plateforme pilote nontissé de l'IFTH), qui, avec leur savoir-faire dans la production de nontissés, nous ont permis d'obtenir nos précieux échantillons.

Ma gratitude va aussi à Béatrice Castel de l'IFTH pour la quantité de photos au microscope électronique à balayage qu'elle m'a fournie. Je lui souhaite de couler une retraite heureuse en n'espérant ne pas l'avoir dégouté des nontissés à vie...

Je tiens aussi à remercier Dominique Thomas (Professeur à l'Université Henri Poincaré), Sandrine Callé-Chazelet (Maitre de Conférences à l'Université Henri Poincaré) et Jean-Christophe Appert-Collin (Maitre de Conférences à l'Université Henri Poincaré) tous chercheurs au Laboratoire des Sciences et du Génie Chimique de Nancy (LSGC) pour la collaboration que nous avons eu. Je les remercie pour tout le savoir qu'ils m'ont transmis, pour m'avoir accueilli dans leur laboratoire et avoir pu utiliser leur banc de filtration.

Mes remerciements vont aussi à Philippe Westbroek et Sander de Vrieze du Vakgroep Textilkunde de l'Université de Gand sans qui nous n'aurions pu explorer le domaine des nanofibres.

Je tiens à remercier également tous les thésards, ex-thésards ou usurpateurs de mezzanine du GEMTEX pour leur sympathie, l'ambiance unique et agréable qui y règne, les craquages divers et variés si caractéristiques, les recherches bibliographiques de l'après repas. Je remercie donc plus particulièrement : Frédéric Leroux, Samuel Solarski, Cédric Cochrane, François Rault, Gauthier Bedek, Carole Aubry, Aurélie Cayla, Emilie Pleyber, Mohamed

Dimassi, Walid Jerbi, Gwladys Benistant, Frédérick Veyet, Marie Lefebvre, Li-Jun Zhu, Xiaoguang Deng, Ines Boufateh, Ahmed Kerkeni et le grand Willfried pour tout cela !!!

Je remercie aussi tous les « padawans » qui ont travaillé avec moi sur ce projet : Nicolas Seynaeve, Sassan Afshin, Nizar Didane, Guilhem Lafaye et Séverine Kolodziejzski. J'espère ne pas avoir été trop exigeant avec eux.

Je tiens également à remercier le soutien et les encouragements de toute ma famille, mes proches et mes amis qui, après trois années vont enfin comprendre mon travail... Une mention particulière à ma femme qui a toujours cru en moi et a su me redonner le courage dont j'avais besoin.



*« La théorie, c'est quand on sait tout et que rien ne fonctionne. La pratique, c'est quand tout fonctionne et que personne ne sait pourquoi. Lorsque l'on réunit théorie et pratique : Rien ne fonctionne...et personne ne sait pourquoi ! »*

**Albert Einstein**



A Aline.

A la mémoire de mon grand-père.



Introduction Générale .....	21
Chapitre I. Etat de l'art .....	29
I.1. Généralités sur la filtration de l'air par des nontissés .....	29
I.1.1. Définitions .....	29
I.1.2. Médias Fibreux Nontissés (MFN).....	30
I.1.3. Classification des médias fibreux nontissés .....	34
I.2. Théorie de la filtration par des médias fibreux nontissés vierges .....	37
I.2.1. Ecoulement d'un fluide en milieu poreux .....	37
I.2.2. Mécanismes de capture .....	37
I.2.3. Relations propriétés/structures issues de la théorie.....	43
I.3. Facteurs influençant les propriétés de filtration .....	45
I.3.1. Caractéristiques structurelles du nontissé .....	45
I.3.2. Influence des paramètres de fabrication.....	51
I.3.3. Influence des conditions opératoires liées à la filtration .....	52
I.3.4. Charges électrostatiques .....	53
I.3.5. Influence des caractéristiques de l'aérosol.....	56
I.4. Cas spécifique : Les masques respiratoires .....	66
I.4.1. Fabrication.....	66
I.4.2. Normalisation .....	68
I.4.3. Vieillessement.....	70
I.4.4. Fonctionnalisation .....	70
I.5. Actualités des nontissés filtrants .....	72
I.5.1. Fibres spéciales .....	72
I.5.2. Procédés de fabrication de voiles de nanofibres .....	73
I.5.3. Combinaisons de structures.....	79
I.5.4. Fabrication des nontissés par voie sèche et hydroliage.....	81
I.5.5. Post-procédés .....	85
I.6. Conclusion .....	86
Chapitre II. Conditions de mise en œuvre des structures filtrantes, procédés et caractérisation.....	97
II.1. Techniques de mise en œuvre des nontissés .....	97
II.1.1. Présentation de la ligne de fabrication cardage et aiguilletage .....	97
II.1.2. Présentation de la ligne de consolidation par hydroliage.....	99
II.1.3. Matières premières utilisées .....	100

II.2. Techniques de caractérisation des nontissés .....	102
II.2.1. Observation des échantillons et mesure du diamètre des fibres .....	102
II.2.2. Mesure des caractéristiques structurelles .....	103
II.2.3. Mesure des propriétés de filtration .....	104
II.2.4. Propriétés mécaniques .....	108
II.3. Etude préliminaire sur un masque FFP2 .....	110
II.3.1. Caractéristiques structurelles du masque .....	110
II.3.2. Propriétés de filtration .....	111
II.3.3. Comportement des masques face à un vieillissement accéléré .....	113
II.3.4. Influence d'une fonctionnalisation sur les propriétés de filtration .....	115
II.4. Mise en œuvre de fibres spéciales de type « segmenté » .....	117
II.4.1. Mise en œuvre de fibres bicomposantes segmentées .....	117
II.4.2. Mise en œuvre de fibres bicomposantes segmentées creuses .....	128
II.5. Conclusion .....	137
<b>Chapitre III. Etude des relations entre les propriétés de filtration et les caractéristiques structurelles des médias filtrants .....</b>	<b>143</b>
III.1. Influence du diamètre des fibres et de la compacité du NT .....	143
III.1.1. Etude sur fibres circulaires microniques en PET .....	143
III.1.2. Etudes sur des fibres spéciales de type « segmentées » .....	153
III.1.3. Etude sur des fibres spéciales de type « segmentées creuses » .....	159
III.1.4. Conclusion générale sur l'influence du diamètre des fibres et de la compacité... ..	164
III.2. Influence de la forme de section des fibres .....	167
III.2.1. Matériels et méthodes .....	167
III.2.2. Résultats et discussions .....	169
III.2.3. Conclusion de l'étude .....	172
III.3. Influence d'un mélange de fibres .....	173
III.3.1. Mélanges de finesses de fibres circulaires microniques .....	173
III.4. Analyse statistique des résultats .....	179
III.4.1. Analyse en composante principale .....	179
III.4.2. Régression linéaire multiple .....	181
III.5. Conclusion .....	185
<b>Chapitre IV. Associations de structures filtrantes .....</b>	<b>191</b>
IV.1. Développement de structures à gradient de fibres .....	191
IV.1.1. Matériel et méthodes .....	191
IV.1.2. Résultats et discussions .....	194

IV.2. Structures multifonctionnelles.....	197
IV.2.1. Mise en œuvre des structures .....	198
IV.2.2. Résultats et discussions .....	201
IV.3. Développement de structures composites microfibres/nanofibres.....	204
IV.3.1. Mise en œuvre des structures .....	204
IV.3.2. Résultats et discussions .....	207
IV.4. Conclusion.....	214
<b>Chapitre V. Modélisation des propriétés de filtration .....</b>	<b>219</b>
V.1. Modélisation de l'efficacité de filtration initiale.....	219
V.1.1. Ecoulement autour d'une fibre ou d'un ensemble de fibres.....	219
V.1.2. Comparaison entre résultats expérimentaux et modèles existants .....	221
V.1.3. Limites du modèle d'efficacité LRG.....	226
V.2. Modélisation de la perte de charge initiale.....	231
V.2.1. Comparaison entre les résultats expérimentaux et les modèles de perte de charge existants .....	231
V.2.2. Développement d'un modèle analytique pour la prédiction de la perte de charge initiale .....	234
V.2.3. Prise en compte du facteur de forme dans l'amélioration du modèle analytique de perte de charge initiale.....	236
V.3. Développement d'un logiciel de prédiction des propriétés de filtration d'un nontissé filtrant .....	238
V.3.1. Développement de l'interface de filtration pour des nontissés monocouches	238
V.3.2. Développement de l'interface de filtration pour des nontissés multicouches	240
V.4. Conclusion.....	245
<b>Conclusion Générale.....</b>	<b>251</b>



## Nomenclature

Lettres latines :

A	Longueur totale de fibres par unité de volume	$m^{-1}$
A,B,C	Facteurs du coefficient de correction de Cunningham	-
$A_c$	Aire totale de collection du filtre	$m^2$
$A_f$	Surface spécifique fibres	$m^2 m^{-3}$
B	Laize du nontissé	m
$C_{aval}$	Concentration totale en aval du filtre	$m^{-3}$
$C_{amont}$	Concentration totale en amont du filtre	$m^{-3}$
Cd	Coefficient de décharge	-
Cd, Cd'	Facteurs dus au glissement du fluide	-
$C_p$	Concentration du filtre en particules	$m^{-3}$
Cu	Coefficient de correction de Cunningham	-
CV	Coefficient de variation	%
D	Coefficient de diffusion	$m^2 s^{-1}$
$d_f$	Diamètre de fibre	m
$d_{fDavies}$	Diamètre de Davies de fibre	m
$d_i$	Diamètre des trous pour $i$ injecteurs	m
$d_{fLRG}$	Diamètre LRG de fibre	m
$d_p$	Diamètre de particule	m
E	Efficacité globale du nontissé filtrant	% ou –
E*	Efficacité globale du nontissé filtrant corrigée pour 1mm d'épaisseur	% ou –
$E_h$	Energie spécifique d'hydroliage	$kJ kg^{-1}$
G	Masse surfacique du nontissé	$g m^{-2}$
$H_{fan}$	Facteur hydrodynamique de Kirsch et Stechkina	-
$H_{ku}$	Facteur hydrodynamique de Kuwabara	-

$k_B$	Constante de Boltzmann ( $=1,37 \cdot 10^{-23}$ )	$J K^{-1}$
$Kn_f$	Nombre de Knudsen de fibre	-
$Kn_p$	Nombre de Knudsen de particule	-
$L$	Longueur surfacique de fibres	$km m^{-2}$
$N$	Nombre de passage à l'hydroliage	-
$n_i$	Nombre de buses par unité de largeur	$m^{-1}$
$P$	Pénétration globale du nontissé filtrant	% ou -
$P_{amont}$	Pression statique en amont du filtre	Pa
$P_{aval}$	Pression statique en aval du filtre	Pa
$Pe$	Nombre de Péclet	-
$P_i$	Pression des jets d'eau pour $i$ injecteurs	Pa
$QF$	Facteur de qualité	-
$R$	Résistance du filtre à l'écoulement	$m^{-1}$
$R$	Rapport d'interception	-
$Re_{po}$	Nombre de Reynolds de pores	-
$St$	Nombre de Stokes	-
$T$	Température	K
$T$	Titre des fibres	dTex
$T_{PA}$	Titre des segments de polyamide 6	dTex
$T_{PET}$	Titre des segments de polyester	dTex
$T_{PW}$	Titre des fibres pie-wedge	dTex
$T_{th}$	Titre théorique d'une fibre	dTex
$U_f$	Vitesse de filtration	$m s^{-1}$
$V$	Vitesse de la ligne d'hydroliage	$m s^{-1}$
$x$	Taux d'éclatement des fibres segmentées	% ou -
$Z$	Epaisseur du nontissé	m

Lettres grecques :

$A$	Compacité du nontissé filtrant	% ou –
$\Delta P$	Perte de charge du nontissé filtrant	Pa
$\eta$	Efficacité unitaire de collection d'une fibre	-
$\eta_j$	Efficacité unitaire de collection par le mécanisme $j$	-
$\lambda$	Libre parcours moyen de la molécule	m
$\lambda_i$	Largeur des $i$ injecteurs	m
$\rho$	Masse volumique du fluide	$\text{kg m}^{-3}$
$\rho_{\text{eau}}$	Masse volumique de l'eau	$\text{kg m}^{-3}$
$\rho_f$	Masse volumique des fibres	$\text{kg m}^{-3}$
$\rho_{\text{PW}}$	Masse volumique des fibres pie-wedge	$\text{kg m}^{-3}$
$\sigma$	Ecart Type	-
$\Phi$	Facteur de correction de l'efficacité	-
$\Phi$	Facteur de forme des fibres	-



# **Introduction Générale**



## Introduction Générale

*"Ce qui m'inquiète, c'est la pensée que l'homme est capable de s'habituer aux pires conditions de vie. Il pourra trouver parfaitement normal d'ici un siècle, de vivre prostré dans quelques bunkers, avec des masques, de l'air artificiel. Il ne saura même plus alors que l'on vivait autrement. Que restera-t-il alors de l'homme ?"*

**Paul Emile Victor**

Derrière cette vision anticipative et pessimiste se cache une réalité toute aussi alarmiste. L'accroissement de la population mondiale, l'industrialisation des pays émergents, l'augmentation du nombre de véhicules dans le parc automobile sont des facteurs aggravants de la pollution de l'air depuis quelques décennies. Même si la prise de conscience est réelle dans les pays industrialisés, il n'en reste pas moins que la proportion de polluants dans la composition de l'atmosphère ne cesse d'augmenter. Ces particules, provenant par exemple des moteurs diesels sont particulièrement nocives pour l'homme et sont la cause principale de nombreuses maladies respiratoires (Figure 1). La grippe aviaire (H5N1) et plus récemment la grippe « A » ont fait ressurgir les risques de pandémie et devient un enjeu de santé publique internationale. La filtration de l'air s'impose par conséquent à différents niveaux (collectivités, protection individuelle etc.) afin de protéger les personnes de ces polluants de nature particulaire.

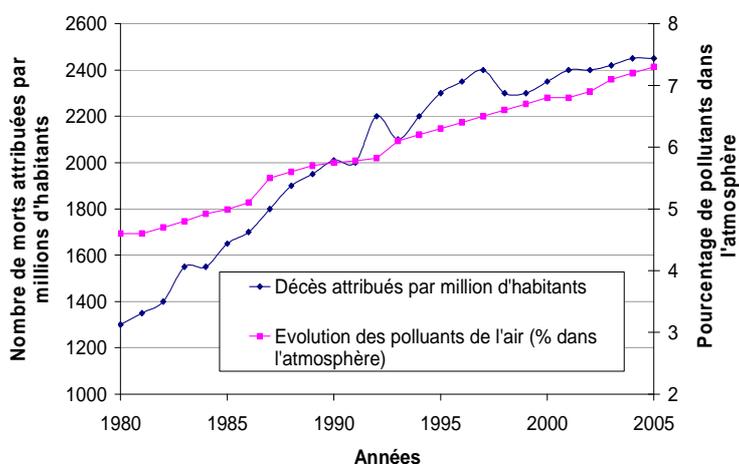


Figure 1 - Influence de la qualité de l'air sur le nombre de décès par maladie respiratoire aux USA - Source MMWR

Les romains furent les premiers à utiliser des filtres sous forme de tissus fixés autour de la bouche et du nez. Agricola (40 – 93) faisait mention de masques de protection pour les mineurs [1]. Léonard de Vinci (1452 – 1519) décrit l'usage de tissus humides portés devant le visage pour protéger des fumées sur les champs de bataille. Paracelse (1493 – 1541), Ramazzini (1633 – 1714) et Pasteur (1822 – 1895) mentionnent la protection vis-à-vis des poussières à l'aide de filtres. Le premier brevet concernant le développement d'un filtre sophistiqué pour la purification de l'air a été inventé par Lewis P. Haslett en 1849 [2]. Le développement scientifique de la filtration des aérosols a réellement commencé dans les années 1930 en Allemagne (Albrecht, Kauffmann) et au Danemark (Hansen). Le développement des théories de filtration des aérosols a connu une accélération rapide pendant et après la deuxième guerre mondiale (Langmuir, Davies, Frielandier etc.) [3].

Le principe de la filtration de l'air est de faire chuter la concentration en particules aéroportées, que ce soit :

- De l'extérieur, chargés de polluants, vers l'intérieur, représentant un environnement de vie (habitat, bureaux, commerces, salles d'opérations,...) ou de process (usine, production,...).
- De l'intérieur, contexte qui peut se charger en polluants, vers l'extérieur, où l'environnement naturel est à préserver.

Les propriétés recherchées sur un filtre seront donc une efficacité de filtration adéquate au milieu à filtrer (ou inversement, un taux de pénétration des particules limité) ainsi qu'une perméabilité à l'air du produit suffisante (ou inversement une perte de charge faible) afin de laisser circuler le débit d'air voulu et ainsi avoir un produit avec une bonne durée de vie.

La technologie nontissée qui a émergé après la seconde guerre mondiale remplace petit à petit les filtres en tissu. Les nontissés apportent des meilleures propriétés de filtration, des vitesses et coûts de production plus avantageux que les produits tissés. Ils profitent d'une dynamique de développement très forte, appuyée par l'industrie qui, très régulièrement, voit éclore de nouveaux procédés de fabrication.

En général, les scientifiques réalisent des études sur des médias filtrants qu'ils n'ont pas conçus et le plus souvent issus de l'industrie. Le développement des nouvelles fibres, des nouveaux procédés de fabrication donne naissance à des catégories de produits très variées répondant à des exigences de filtration dont il est très difficile de connaître la composition exacte. C'est dans ce contexte scientifique que nous souhaitons apporter une approche originale en proposant le développement de

nontissés filtrants à l'aide d'outils de productions proches de l'industrie. De ce fait, nous en maîtrisons tout le process et nous pouvons sélectionner des critères de structures adaptés aux propriétés de filtration de l'air que nous souhaitons étudier. A terme, le but de notre étude est d'aider à la conception d'un matériau fibreux par une meilleure maîtrise des propriétés structurelles requises en fonction des propriétés de filtration visées.

Afin de délimiter notre champ d'investigation, nous fixons quelques éléments de cahier des charges : une efficacité de filtration élevée ( $> 94\%$ ) et une perte de charge faible ( $< 400$  Pa) (ou une perméabilité à l'air minimum ( $> 100$  l/s par mètre carré de structure) à une perte de charge fixée à 200 Pa). Les structures viseront des épaisseurs de l'ordre du millimètre.

Cette étude s'inscrit dans le cadre d'un programme de recherche collectif coordonné par l'IFTH et constitué d'un consortium de partenaires scientifiques (GEMTEX, GRB, INSERM, LCOM) et industriels (DOUNOR Nonwovens, Laboratoires ANIOS, MACOPHARMA, MORTELECQUE, THUASNE) sur la thématique de la filtration de l'air. Les particules filtrées peuvent être plus particulièrement des aérosols d'origine biologique qui seront détruits au sein de la structure par l'intermédiaire de médias filtrants fonctionnalisés. La taille de ces particules sera majoritairement comprise entre 0,1 et 1  $\mu\text{m}$ . Le laboratoire GEMTEX (GÉNIE et Matériaux TEXtiles) s'inscrit donc dans ce projet en tant d'expert en matériaux textiles dans la réalisation de structures filtrantes nontissées fonctionnalisées. Dans ce manuscrit de thèse, ne sera abordée que la partie d'étude et de développement de structures filtrantes nontissées ; la fonctionnalisation étant le cadre d'une autre étude. Notre apport consiste à améliorer la compréhension des mécanismes de filtration des particules par des filtres nontissés. Nous nous intéresserons en particulier à l'amélioration du compromis efficacité de filtration / perméabilité à l'air.

Ce rapport de thèse s'articule autour de cinq chapitres.

Le premier chapitre est consacré à un état de l'art de la filtration de l'air par des nontissés. Des généralités sur la filtration de l'air par des médias fibreux nontissés seront présentées. Une approche de la théorie des écoulements de fluides en milieux poreux et des mécanismes de capture par des fibres sera effectuée pour mettre en avant les relations entre les caractéristiques structurelles du matériau et les propriétés de filtration. Une étude de la littérature avec une approche plus expérimentale viendra confirmer la théorie et apporter d'autres éléments à prendre en considération dans notre étude. Le cas spécifique de filtres de type « masque respiratoire » sera abordé. C'est un produit qui illustre parfaitement les contraintes de filtration parmi les plus élevées. Enfin, une

synthèse bibliographique sur le contexte actuel de développement de nontissés pour la filtration de l'air nous permettra d'orienter nos choix de procédés et de matières premières pour l'étude.

Le second chapitre s'intéresse plus particulièrement aux méthodes de fabrication et de caractérisation des nontissés filtrants. Il concerne la description des moyens de production que nous avons utilisés pour fabriquer nos structures fibreuses mais aussi les bancs de filtration utilisés pour tester les performances de nos nontissés. Les méthodes de caractérisation des paramètres structurels (masse surfacique, épaisseur, compacité, etc.), les techniques d'observation microscopiques (Microscopie Electronique à Balayage, Microscopie Optique) ou encore les méthodes de mesure des propriétés mécaniques (Résistance mécanique) seront abordées. Pour mieux comprendre la complexité des médias fibreux dédiés à la filtration des particules fines associées à une perméabilité à l'air faible, nous présenterons le cas spécifique des masques respiratoires. Enfin, une étude sur la mise en œuvre de fibres spéciales ultrafines sera également abordée.

Le troisième chapitre constitue le cœur de cette étude. A partir de données expérimentales obtenues sur les échantillons développés, nous allons étudier les relations entre les caractéristiques structurelles et les propriétés de filtration. Le diamètre des fibres, la compacité, la géométrie des fibres ou encore le mélange de fibres seront des paramètres de structures analysés. A l'aide d'un outil statistique nous tenterons d'observer les comportements et les relations entre ces différentes caractéristiques et nous pondérerons leur effet par rapport aux propriétés de filtration.

A partir des analyses faites dans le troisième chapitre, nous proposerons d'étudier des effets de synergie dans la combinaison de plusieurs structures nontissées filtrantes. Nous proposerons le développement d'un nontissé à gradient de porosité et d'un nontissé multifonctionnel. Nous insisterons notamment sur la difficulté de la mise en œuvre de ce type de structures et nous conclurons sur les avantages d'utiliser les technologies cardage/hydroliage. Enfin, l'étude de structures multicouches à base de microfibres et de nanofibres nous permettra d'exploiter l'échelle nanométrique dans la fabrication de structures filtrantes. Nous verrons que les théories classiques de filtration de l'air pour les microfibres ne s'appliquent qu'en partie pour les nanofibres.

Enfin, dans le cinquième chapitre nous proposerons d'étudier et de développer des modèles de filtration plus proches des expérimentations. Nous ferons d'abord un état de l'art des modèles d'efficacité de filtration qui nous permettra de sélectionner un modèle très proche de nos résultats expérimentaux. Le développement d'un modèle de perte de charge analytique sera aussi présenté. Nous discuterons des limites des modèles actuels et nous proposerons des pistes, notamment dans la

prise en compte de plusieurs caractéristiques structurelles des nontissés pour améliorer les modèles existants. Enfin, nous exposerons le développement d'une interface graphique sous Matlab<sup>®</sup>, nous permettant de prédire les propriétés de filtration. Issu des modèles sélectionnés, ce petit logiciel nous permettra entre autre d'orienter le développement de nos structures filtrantes.

## Références Bibliographiques

- [1] K.R. Spuny, *On the history of air filters and aerosol filtration* – (1997), Journal of Aerosol Science, Vol. 28, Suppl. 1, pp. S391-S392.
- [2] L.P. Haslett, *Inhaler or lung protector* – (1849), US Patent #6529.
- [3] T. Frising, *Etude de la filtration des aérosols liquides et de mélanges d'aérosols liquides et solides* – (2004), Thèse, INPL, Nancy

# **Chapitre I – Etat de l’art**



# Chapitre I. Etat de l’art

Ce premier chapitre présentant l’étude bibliographique de la filtration de l’air par des médias fibreux est divisé en cinq parties. Après quelques généralités sur la filtration de l’air par des nontissés, nous ferons un état de l’art de la théorie de la filtration. Nous nous intéresserons ensuite aux facteurs qui peuvent influencer la filtration puis nous étudierons un cas spécifique de matériau filtrant : le masque respiratoire. Nous terminerons par une partie sur l’actualité et les tendances technologiques de la filtration de l’air par des nontissés.

## I.1. Généralités sur la filtration de l’air par des nontissés

### I.1.1. Définitions

Les deux caractéristiques principales et recherchées pour un filtre à l’état neuf sont la perte de charge ( $\Delta P$ ) et l’efficacité ( $E$ ) de filtration. En effet, un bon filtre sera caractérisé par une perte de charge faible pour minimiser les dépenses énergétiques et une efficacité élevée pour la qualité de l’air recherchée.

#### I.1.1.1. Efficacité

L’efficacité du filtre est par définition sa capacité à retenir les particules contenues dans le fluide, qu’elles soient solides ou liquides. Elle est définie par la concentration de particules retenues entre l’aval et l’amont du filtre :

$$E = 1 - \frac{C_{aval}}{C_{amont}} \quad (I.1)$$

Les particules filtrées étant généralement polydisperses on exprimera dans la majorité des cas l’efficacité en fonction du diamètre des particules.

Dans le cas des filtres HEPA ou ULPA (très haute efficacité) on parle plutôt de perméance  $P$  (ou pénétration) qui est définie par :

$$P = 1 - E \quad (I.2)$$

### I.1.1.2. Perte de Charge

La perte de charge est définie comme la différence entre les pressions statiques en amont et en aval du medium filtrant, appelées respectivement  $P_{\text{amont}}$  et  $P_{\text{aval}}$  :

$$\Delta P = P_{\text{amont}} - P_{\text{aval}} \quad (I.3)$$

Elle caractérise la résistance à l’écoulement de l’air du média filtrant nontissé et donc la dépense énergétique nécessaire pour faire traverser le flux d’air.

### I.1.1.3. Colmatage

Un autre aspect lié à la filtration est le colmatage. En effet la durée de vie d’un filtre est souvent associée à sa capacité de rétention de particules pour une durée donnée. Le colmatage crée irrémédiablement une augmentation des caractéristiques d’efficacité mais surtout de perte de charge qui viennent augmenter les dépenses énergétiques. Actuellement, de nombreux efforts sont portés sur l’amélioration du comportement du filtre lors du colmatage afin de prolonger sa durée de vie d’utilisation.

### I.1.1.4. Facteur de Qualité

Afin de caractériser et comparer un ensemble de filtres de façon qualitative et quantitative, de nombreux auteurs [1, 38] utilisent dans la littérature le facteur de qualité  $QF$ , défini comme suit

$$QF = \frac{-\ln(1 - E)}{\Delta P} \quad (I.4)$$

## I.1.2. Médias Fibreux Nontissés (MFN)

Selon la gamme de particules que l’on souhaite filtrer il existe toute une gamme de technologies adaptées, résumées dans la *Figure I.1*.

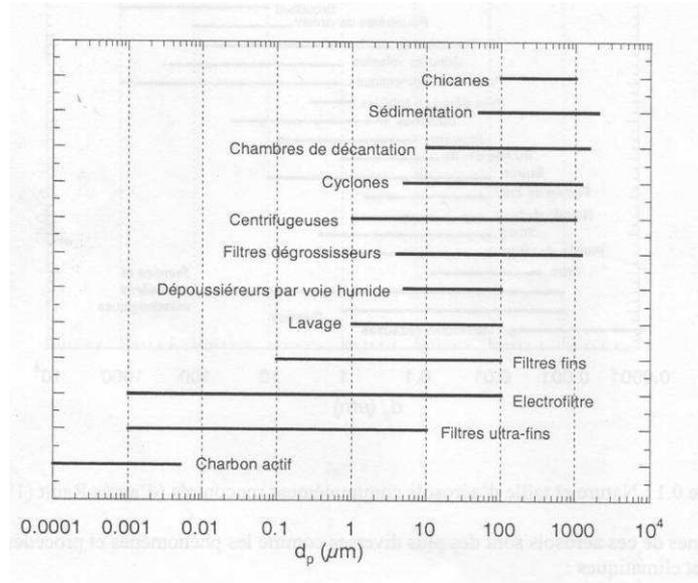


Figure I.1 - Procédés d'épuration des aérosols et leur applicabilité selon la taille des particules [58]

La zone granulométrique, dans le cadre de notre étude, se situe pleinement dans l'utilisation de filtres à fibres, qui constituent un des principaux moyens utilisés pour l'épuration des gaz et de l'air [2].

Les médias fibreux nontissés<sup>1</sup> (MFN) constituent aujourd'hui la majeure partie des filtres à fibres [3] utilisés dans l'industrie de la filtration de l'air à l'opposé des médias fibreux tissés comme le montre la Figure I.2.

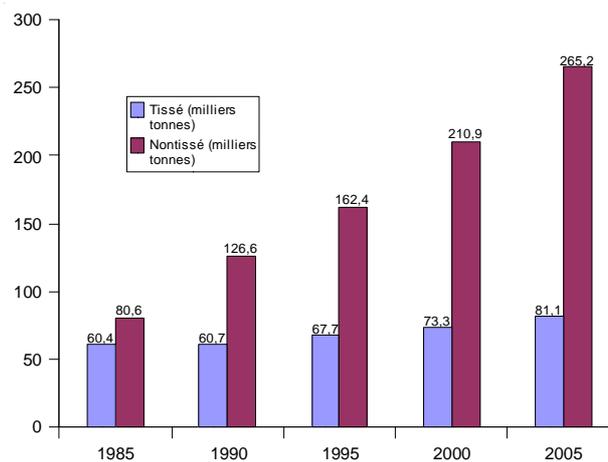


Figure I.2 - Consommation des textiles utilisés en filtration en milliers de tonnes dans le monde. Source : DRA/Tehtextil

<sup>1</sup> Le terme nontissé s'écrit en un seul mot, dérivé du mot nonwoven en anglais et accepté internationalement.

En Europe, en 2006, 89760 tonnes de nontissés ont été destinées à la filtration, ce chiffre ayant doublé en 6 ans. Plus d’un tiers de cette production est destiné à la filtration des aérosols [4]. Il existe de nombreuses technologies de nontissés, avec leurs atouts et faiblesses. Ils ont l’avantage d’être des produits très versatiles, à moindre coût et de fournir diverses fonctionnalités, avec par exemple des finesses de fibres de 0,1 à 500  $\mu\text{m}$ , une épaisseur de média de 20 à 5000  $\mu\text{m}$  et un grammage allant de 0,1 à 2000  $\text{g}/\text{m}^2$ ... [5]

### **I.1.2.1. Définitions**

Selon les normes ISO 9092 et DIN EN 29092 [6, 7] un nontissé est « une feuille manufacturée, constituée de voile ou de nappe de fibres orientées directionnellement ou au hasard, liées par friction et/ou cohésion, et/ou adhésion, à l’exclusion du papier et des produits obtenus par tissages, tricotages, tuftages, couturages incorporant des fils ou filaments de liage ou feutrés par foulage humide, qu’ils soient ou non aiguilletés ».

Selon l’INDA et l’EDANA [8, 9] le nontissé est « une feuille ou un voile de fibres naturelles et/ou de fibres ou filaments manufacturés, exclusion faite du papier, qui n’ont pas été tissés et qui peuvent être liés entre eux de différentes façons ».

La différence majeure avec le papier, c’est que la structure finale sera classée nontissé si :

- Plus de 50% des fibres constituant cette structure sont non cellulosiques avec un rapport longueur/diamètre supérieur à 300
- Dans le cas contraire, si 30% des fibres non cellulosiques ont un rapport longueur/diamètre supérieur à 100 et si la main de la structure fibreuse est supérieur à 2.5

La différence majeure des nontissés par rapport aux autres structures textiles c’est que la structure du produit n’est pas organisée par des fils (filé de fibres) mais par les fibres elles-mêmes. Ceci permet notamment de gagner un nombre important d’étapes de fabrication. Ce qui amène un intérêt en terme économique, de cycle de fabrication réduit mais aussi en termes de maîtrise du procédé.

Les nontissés sont donc des produits textiles uniques, issus de la fibre et sont utilisés dans bon nombre d’applications et de produits. Ils peuvent être combinés avec d’autres matériaux ou

utilisés seuls et les champs d’applications sont l’hygiène, l’ameublement, les Equipements de Protection Individuels (EPI), produits médicaux, bâtiment, filtration, lingettes...

Ils peuvent être de courte vie, comme à simple usage ou de longue durée. Les nontissés ont des caractéristiques spécifiques qui leurs permettent de couvrir toutes les applications citées ci-dessus avec des propriétés recherchées comme : l’absorbance, déperlance, résilience, élasticité, douceur, résistance, lavables, filtration, barrière aux microbes, stérilité... [9]

### I.1.2.2. Quelques Chiffres

L’apparition des nontissés date du début des années soixante avec l’apparition industrielle des fibres synthétiques. La consommation au début des années 70 en Europe était de 40 000 tonnes pour atteindre en 2006 1,5 millions de tonnes. La Figure I.3 nous indique à quel point ce secteur est en plein essor depuis les dix dernières années.

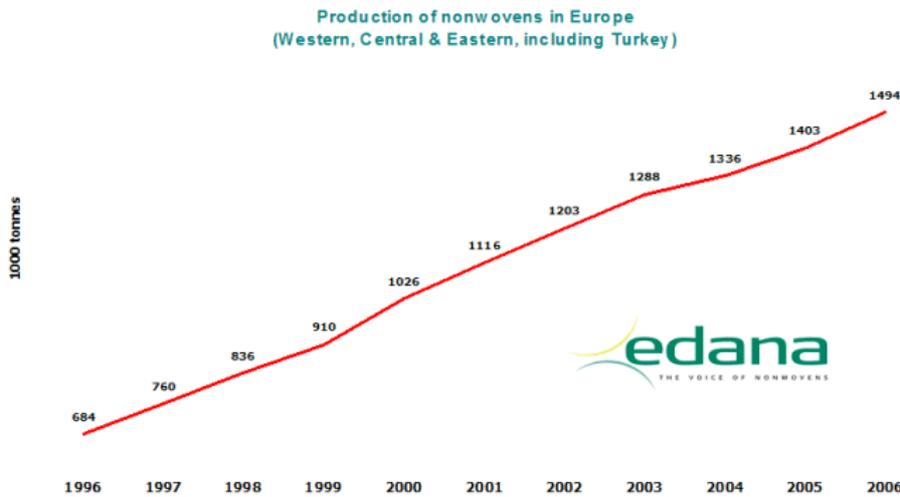


Figure I.3 - Evolution de la production des nontissés en Europe ces dix dernières années [4]

En 2006, la consommation mondiale de nontissés était de plus de 5 millions de tonnes et l’Europe se hisse en haut de l’échelle avec environ 30% de la production mondiale. (Tableau I.1)

Tableau I.1 - Production mondiale de nontissés répartie par secteurs [4]

Tonnes	2003	2004	2005	2006	06 vs 05
<b>Europe (1)</b>	1,288,400	1,335,900	1,403,000	1,494,000	6.5%
<b>North America (2)</b>	1,108,000	1,193,000	1,247,000	1,310,000	5.1%
<b>Japan (3)</b>	296,800	296,900	313,900	329,750	5.0%
<b>China (4)</b>	615,000	755,000	838,000	966,000	15.3%
<b>Korea (5)</b>	199,300	203,900	205,960	210,795	2.3%
<b>Taiwan (5)</b>	135,700	139,100	140,550	144,000	2.5%
<b>Rest of World (1), (2)</b>	519,400	568,300	601,600	670,143	11.4%
<b>TOTAL</b>	<b>4,162,600</b>	<b>4,492,100</b>	<b>4,750,010</b>	<b>5,124,688</b>	<b>7.9%</b>

**Sources:**

1) EDANA 2) INDA 3) MITI Japan 4) CNTA 5) ANFA (Asian Nonwovens Fabrics Association)

### I.1.3. Classification des médias fibreux nontissés

#### I.1.3.1. Normalisation

Les normes EN779, EN1822 et EN149 [10, 11, 12] classent différents médias de filtration selon deux caractéristiques principales, l’efficacité de filtration en % et la perte de charge en Pa en fonction de la granulométrie des aérosols liquides et solides filtrés.

La Figure I.4 présente ces différentes classes de filtres. On en dénombre 5, les filtres grossiers (G1 à G4), les filtres fins (F5 à F9), les filtres haute efficacité (H10 à H14) et les filtres ultra haute efficacité (U15 à U17) et enfin les filtres de protection individuelle de type masque (FFP1 à FFP3).

**Les filtres grossiers** sont utilisés pour la filtration d’insectes, fibres textiles, cheveux, sables, cendres, pollen, ciment... on trouve donc leurs applications en tant que filtre ou préfiltre pour des installations de protection civile, pour l’évacuation de l’air des cabines de peinture, des cuisines ou pour préfiltre de filtration pour les classes F6 à F8.

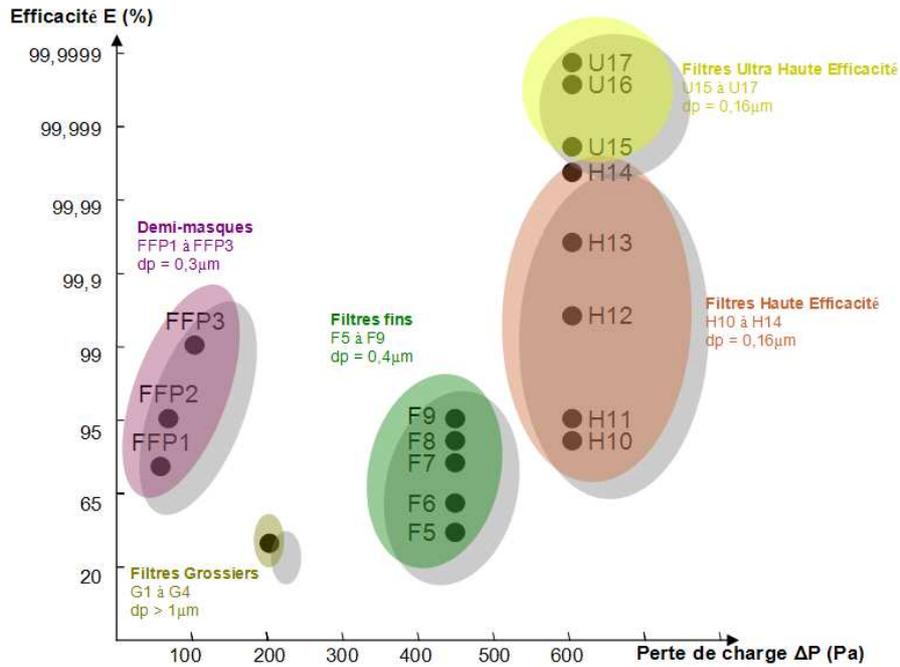


Figure I.4 - Classification des filtres en fonction de l'efficacité, de la perte de charge et de la granulométrie [13]

**Les filtres fins** sont utilisés pour filtrer des particules salissantes (poussières), germes, poussières chargées de bactéries, fumées d’huiles et de suie agglomérées, fumée de tabac, fumée d’oxyde métallique... On trouve donc leurs applications pour des filtres sur le traitement de l’air pour des locaux à faibles exigences (ateliers, garages, entrepôts) ou en tant que préfiltre et filtre pour les centrales de traitement de l’air ou encore en tant que filtre final dans les installations de climatisation pour magasins, bureaux et locaux de fabrication et enfin en tant que préfiltre pour les filtres absolus.

**Les filtres à haute efficacité (HEPA)** sont utilisés dans la filtration de germes, bactéries, virus, fumée de tabac, fumée d’oxyde métallique... On trouve leurs applications dans les filtres finaux pour locaux à hautes exigences comme les laboratoires, l’alimentation, les pharmacies, l’industrie optique et physique.

**Les filtres à ultra haute efficacité (ULPA)** sont utilisés dans la filtration de vapeur d’huile et suie en formation et de particules radioactives... On trouve leurs applications en tant que filtre final pour salles blanches, ou encore pour des salles d’opération ou comme filtre final pour l’évacuation de l’air dans les installations nucléaires.

**Les filtres pour masques** sont utilisés pour filtrer les poussières, fumées, brouillards, virus, bactéries... Les masques FFP2 sont notamment recommandés lors de cas de pandémies grippales de type H5N1 ou récemment H1N1...

### I.1.3.2. Techniques de fabrication des MFN

Le Tableau I.2 résume les différentes technologies citées ci-dessus et leurs applications dans la filtration et la purification de l’air [13, 14, 15]. Les technologies utilisées spécifiquement dans le cadre de cette thèse seront détaillées par la suite.

*Tableau I.2 - Procédés de fabrication des médias fibreux en fonction de l'application*

<b>Type de filtre</b>	<b>Techniques de fabrication</b>	<b>Matières utilisées</b>
Filtres Ultra Haute Efficacité	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ Voie humide</li> <li>○ Voie Humide + Electrospinning</li> </ul>	Fibre de verre, Cellulose, PA6
Filtres Haute Efficacité	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ Voie humide</li> <li>○ Voie humide + Electrospinning</li> </ul>	Fibre de verre, cellulose PA6
Filtres fins	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ Voie humide</li> <li>○ Nappage aérodynamique</li> <li>○ Meltblown</li> <li>○ Voie cardée + aiguilletage ou hydroliage</li> </ul>	Fibre de verre, Cellulose, Polyester, Polyamide
Filtres grossiers	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ Spunbond</li> <li>○ Voie cardée + aiguilletage ou hydroliage</li> <li>○ Nappage aérodynamique</li> </ul>	Fibre de verre, Polypropylène, Polyamide, Polyester, Cellulose
Demi-masques de filtration	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ Meltblown, Spunbond (SMS)</li> </ul>	Polypropylène, Polyester

## I.2. Théorie de la filtration par des médias fibreux nontissés vierges

### I.2.1. Ecoulement d’un fluide en milieu poreux

Un nontissé filtrant peut être considéré comme un milieu poreux et on peut donc définir le régime de l’écoulement de l’air à l’aide du nombre de Reynolds de pores qui est plus adapté pour les surfaces textiles [16] :

$$\text{Re}_{po} = \frac{\rho U_f}{\mu A_f \alpha} \quad (\text{I.5})$$

Avec  $\rho$  la masse volumique du fluide,  $U_f$  la vitesse du fluide,  $\mu$  la viscosité dynamique du fluide,  $A_f$  la surface spécifique des fibres et  $\alpha$  la compacité du medium filtrant.

La loi de Darcy [17], adaptée à l’écoulement de l’air au travers d’un milieu poreux sous un régime laminaire nous donne la relation suivante :

$$\Delta P = \mu R U_f \quad (\text{I.6})$$

Avec  $R$  la résistance du filtre à l’écoulement, défini par [16, 18, 19, 20, 21] :

$$R = 4Z \frac{f(\alpha)}{d_f^2} \quad (\text{I.7})$$

Avec  $d_f$  le diamètre des fibres et  $Z$  l’épaisseur du nontissé.

La théorie et la modélisation de la perte de charge se concentrent donc sur l’expression de cette fonction  $f(\alpha)$ . De nombreux modèles existent déjà et nous nous concentrerons sur ceux-ci dans le chapitre 5 de la thèse, avec le développement d’un modèle analytique à partir de nos résultats expérimentaux.

### I.2.2. Mécanismes de capture

Un média filtrant étant composé de fibres, il paraît normal que l’efficacité totale du filtre soit en relation avec l’efficacité de collection d’une fibre. La littérature contient de nombreuses expressions empiriques ou théoriques de l’efficacité unitaire des fibres et les auteurs s’accordent tous à considérer l’efficacité unitaire de collection d’une fibre,  $\eta$ , comme étant la

somme des efficacités correspondant aux différents mécanismes de collection, en supposant que chaque mécanisme est indépendant des autres [22].

$$\eta = \sum \eta_j \quad (\text{I.8})$$

Lee, Liu, Davies, Renoux [2, 23, 24, 25] proposent différents mécanismes de capture des particules selon leur taille et leur charge électrique afin de modéliser l’efficacité du filtre. Les mécanismes les plus fréquemment rencontrés sont :

- Diffusion brownienne
- Interception directe
- Impaction inertielle
- Effet électrostatique
- Sédimentation (important pour les particules de diamètre  $> 10\mu\text{m}$ )

Nous ne considérerons pas plus dans le détail les effets électrostatiques et la sédimentation car nous effectuerons nos essais uniquement avec des particules neutres de petites tailles. Cependant, nous verrons dans la partie « Actualités » que depuis une dizaine d’années, les producteurs de non tissés filtrants utilisent l’effet électrostatique non pas sur les particules mais sur les fibres afin de doper l’efficacité sans modifier la perte de charge, de tels filtres sont appelés « électrets ».

### I.2.2.1. Diffusion Brownienne

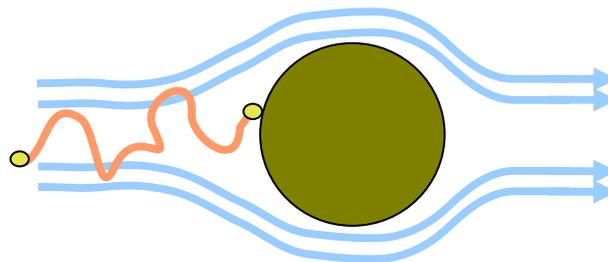


Figure I.5 - Mécanisme de capture par diffusion

La capture des particules par diffusion brownienne est effective pour des particules de diamètre inférieur à  $0,1 \mu\text{m}$  ( $d_p < 0,1 \mu\text{m}$ ). Soumises à l’agitation thermique, les particules quittent les lignes de courant de l’air et suivent des mouvements browniens. A l’approche de la fibre, elles vont adhérer par les interactions moléculaires faibles de type Van Der Waals. La capture par diffusion brownienne est gouvernée par l’importance relative du mouvement

diffusionnel par rapport au mouvement convectif de l’air. Ce rapport est exprimé par le nombre de Péclet :

$$Pe = \frac{U_f d_f}{D} \quad (I.9)$$

Avec  $U_f$  la vitesse de filtration,  $d_f$  le diamètre des fibres et  $D$  le coefficient de diffusion :

$$D = \frac{k_B T C u}{3\pi d_p} \quad (I.10)$$

Où  $k_B$  est la constante de Boltzmann ( $k_B=1.37e^{-23} \text{ JK}^{-1}$ ),  $T$  la température,  $d_p$  le diamètre de particule et  $Cu$  le coefficient de correction de Cunningham :

$$Cu = 1 + Kn_p \left( A + B \exp\left(-\frac{C}{Kn_p}\right) \right) \quad (I.11)$$

Avec  $Kn_p$ , le nombre de Knudsen de particule qui exprime le rapport entre le libre parcours moyen des molécules  $\lambda$  et  $d_p$  le diamètre de particules :

$$Kn_p = 2 \frac{\lambda}{d_p} \quad (I.12)$$

Pénicot [26] résume les valeurs des coefficients A,B et C du facteur de Cunningham issus de la littérature :

*Tableau I.3 - Valeur des coefficients A, B et C du facteur de Cunningham issus de la littérature*

Auteur	Date	A	B	C
Millikan	1923	1,209	0,406	0,893
Hidy	1984	1,257	0,400	0,596
Allen-Raabe	1982	1,105	0,400	0,596
Boulaud	1988	1,257	0,400	1,100
Buckley-Loyalka	1989	1,155	0,471	0,596
Rader	1990	1,207	0,440	0,780

**I.2.2.2. Interception Directe**

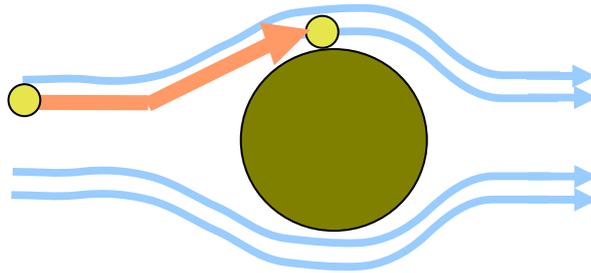


Figure I.6 - Mécanisme de capture par interception

Ce mécanisme de capture concerne les particules de taille supérieure à  $0,1 \mu\text{m}$  ( $d_p > 0,1 \mu\text{m}$ ). Une particule de diamètre  $d_p$  suivant une ligne de courant est interceptée par une fibre lorsqu’elle s’approche de celle-ci à une distance inférieure à celle de son rayon. L’interception directe est entièrement décrite par le rapport des diamètres ci-dessous :

$$R = \frac{d_p}{d_f} \quad (\text{I.13})$$

$d_p$  et  $d_f$  les diamètres de la particule et de la fibre respectivement.

**I.2.2.3. Impaction inertielle**

Ce type de capture ne concerne que les grosses particules ( $d_p > 1\mu\text{m}$ ). En raison de son inertie, une particule dévie de sa ligne de courant et vient s’impacter sur la fibre.

L’impaction inertielle est gouvernée par le nombre de Stokes :

$$St = \frac{U_f \times d_p^2 \times \rho_p}{18 \times \mu \times d_f} \quad (\text{I.14})$$

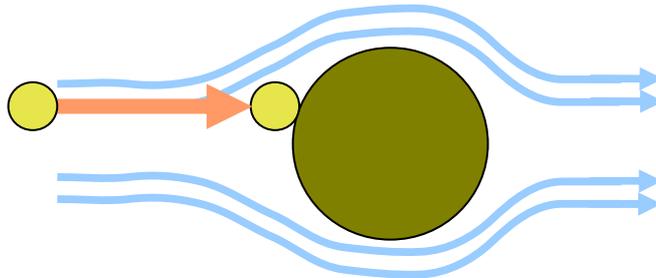


Figure I.7 - Mécanisme de capture par impaction

Ces trois mécanismes entrent en compétition lors de la filtration. Leur importance dépend donc de la taille des particules, de la vitesse de filtration et des propriétés physiques du gaz vecteur mais aussi du matériau, de par ses propriétés structurelles telles que le diamètre de fibres.

Il existe deux moyens pour déterminer les efficacités unitaires de collection : l’approche empirique qui détermine les expressions à partir de systèmes expérimentaux judicieusement choisis, et l’approche théorique qui essaie de déterminer l’efficacité à partir des écoulements autour d’une fibre ou d’un ensemble de fibres. Cette dernière approche est la plus fréquemment rencontrée dans la littérature.

#### **I.2.2.4. Ecoulement autour d’une fibre ou d’un ensemble de fibres**

Afin de pouvoir déterminer l’efficacité de collection d’une fibre unique, il est nécessaire de connaître le champ d’écoulement autour de la fibre. Ceci s’avère difficile étant donné que le filtre a une structure irrégulière et complexe. C’est la raison pour laquelle des modèles, plus ou moins simplistes, ont été développés et considèrent que le filtre est composé d’un assemblage de cylindre de mêmes diamètres, parallèles et perpendiculaires à la direction du fluide. Utilisant ces modèles à cellules (un cylindre entouré de son enveloppe concentrique de fluide), la résolution des équations de Navier-Stokes permet d’obtenir la fonction de courant relative aux composantes de la vitesse. Elle permet de ramener l’étude du champ vectoriel de vitesse d’un fluide à un champ scalaire [27]. Cette fonction fait intervenir un facteur hydrodynamique  $H$  qui varie selon les modèles utilisés et selon le régime hydrodynamique, régi par le nombre de Knudsen de fibres,  $Kn_f$ :

$$Kn_f = \frac{2\lambda}{d_f} \quad (I.15)$$

Avec  $\lambda$  le libre parcours moyen en  $\mu\text{m}$ .

Il existe donc plusieurs expressions de ce facteur  $H$ , mais pour notre étude, nous n’avons utilisé que celle de Kuwabara [28] qui est employée dans un grand nombre de modèles d’efficacité :

$$H_{ku} = \alpha - \frac{1}{2} \ln \alpha - \frac{1}{4} \alpha^2 - \frac{3}{4} \quad (I.16)$$

Dans cette équation on comprend l’importance relative de la structure filtrante avec la compacité du matériau,  $\alpha$ , qui dépend du grammage  $G$ , de la masse volumique des fibres  $\rho_f$  et de l’épaisseur du nontissé  $Z$  :

$$\alpha = \frac{G}{\rho_f Z} \quad (\text{I.17})$$

Les auteurs proposent depuis trois décennies des expressions pour les efficacités unitaires de collection par diffusion, interception et impaction. Nous ferons un point sur les différents modèles existants dans le chapitre 5 de la thèse en rapport à la modélisation des filtres. Notamment, nous comparerons les résultats des différents modèles existants à nos résultats de filtration obtenus sur différentes structures nontissées développées.

#### I.2.2.5. Expression de l’efficacité globale d’un filtre [16, 22, 29, 30]

L’efficacité globale d’un filtre prend en compte, outre les expressions des efficacités unitaires, des considérations de flux de particules et des paramètres de structures tels que l’épaisseur, la compacité et le diamètre des fibres.

L’hypothèse faite ici est que l’on considère que le filtre contient des fibres de même diamètre.

On considère une évolution de la concentration particulaire en quantité  $d(C_p)$  lorsque le flux de particules traverse une couche filtrante avec un élément d’épaisseur  $dZ$ . L’efficacité globale de collection d’une fibre  $\eta$  est définie comme la fraction de particules collectées par unité de longueur de fibre lorsque le flux d’air est perpendiculaire à l’axe fibreux. L’aire de captage de la fibre est l’unité de longueur de fibre multipliée par le diamètre de fibre. Si l’on considère une couche de filtre sur une unité d’aire et d’épaisseur  $dZ$ , l’aire totale de collection du filtre est :

$$A_c = d_f \times A \times dZ \quad (\text{I.18})$$

Avec  $A$  la longueur totale de fibres par unité de volume donnée par la relation suivante :

$$A = \frac{4 \times \alpha}{(1 - \alpha) \times \pi \times d_f} \quad (\text{I.19})$$

Le nombre total de particules capturées dans l’aire de captage d’une fibre est proportionnelle à l’efficacité globale de collection d’une fibre et la concentration en particules  $C_p$ . En appliquant le principe de conservation des masses sur un élément d’épaisseur  $dZ$ , le nombre total de particules capturées par une couche  $dZ$  de fibres durant une unité de temps devient  $d(C_p)$ , soit :

$$d(C_p) = -C_p \times \eta \times d_f \times A \times dZ \quad (\text{I.20})$$

Le moins signifie que la concentration de particules diminue au travers du filtre.

En intégrant l’équation (I.20) de 0 à Z pour l’épaisseur et de  $C_{aval}$  et  $C_{amont}$  pour la concentration des particules, on a :

$$\int_{C_{aval}}^{C_{amont}} \frac{dC_p}{C_p} = \int_0^Z -\eta \times d_f \times A \times Z \quad (I.21)$$

La résolution de cette intégrale en incluant l’équation (I.19) et en ajoutant l’expression de A nous donne :

$$\frac{C_{amont}}{C_{aval}} = \exp\left(-4 \times \eta \times \frac{\alpha}{1-\alpha} \times \frac{Z}{\pi \times d_f}\right) \quad (I.22)$$

Avec l’équation (I.1) l’efficacité globale d’un filtre s’exprime :

$$E = 1 - \exp\left(-4\eta \frac{\alpha}{1-\alpha} \frac{Z}{\pi d_f}\right) \quad (I.23)$$

Encore une fois donc, nous remarquons l’importance de la structure du média filtrant via la compacité, l’épaisseur et le diamètre des fibres. Intéressons nous maintenant à l’influence de ces paramètres sur l’efficacité de filtration et à quelques calculs et représentations graphiques issues des équations précédentes.

### I.2.3. Relations propriétés/structures issues de la théorie

L’utilisation des modèles existants permet de dégager des tendances sur l’influence relative des caractéristiques du média filtrant (diamètre moyen des fibres  $d_f$ , compacité du filtre  $\alpha$  et épaisseur du filtre Z), de l’aérosol (masse volumique  $\rho_p$  et diamètre  $d_p$  des particules), des conditions opératoires (vitesse de filtration  $U_f$ ) sur l’efficacité liées aux principaux mécanismes de collection. (Tableau I.4)

Il ressort donc qu’un accroissement de l’épaisseur, un accroissement de la compacité du filtre ou une diminution du diamètre des fibres impliquent une augmentation de l’efficacité, au détriment toutefois d’une perte de charge élevée.

A partir de l’équation (I.23), on peut établir le tableau suivant :

*Tableau I.4 - Influence de paramètres intrinsèques à l’aérosol, au filtre et à la filtration sur l’efficacité [31, 32]*

<b>Efficacité de collection par</b>	<b>Aérosol</b>		<b>Conditions opératoires</b>	<b>Caractéristiques du filtre</b>		
	$\rho_p \nearrow$	$d_p \nearrow$	$U \nearrow$	$d_f \nearrow$	$\alpha \nearrow$	$Z \nearrow$
<b>Diffusion brownienne</b>	$\searrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\nearrow$	$\nearrow$
<b>Interception directe</b>	-	$\nearrow$	-	$\searrow$	$\nearrow$	$\nearrow$
<b>Impaction inertielle</b>	$\nearrow$	$\nearrow$	$\nearrow$	$\searrow$	$\nearrow$	$\nearrow$

### I.3. Facteurs influençant les propriétés de filtration

Dans le cadre de ce travail de thèse, nous nous intéressons à l’influence des caractéristiques structurelles du nontissé sur les propriétés de filtration. Le but étant, à partir des résultats obtenus de pouvoir optimiser et sélectionner des critères de choix pour notre future structure filtrante. Il est donc naturel de faire un état de l’art des caractéristiques structurelles et des autres facteurs qui peuvent modifier les propriétés d’un filtre.

#### I.3.1. Caractéristiques structurelles du nontissé

##### I.3.1.1. Diamètre des fibres

A l’aide de l’équation (I.23), en considérant que tous les paramètres sont constants (Compacité, Masse surfacique, Vitesse de l’air...) on fait varier le diamètre moyen des fibres afin d’observer le comportement (en théorie) de l’efficacité et de la perte de charge (Figure I.8).

Concernant l’efficacité, on remarque que le comportement entre diamètre et la propriété de filtration n’est pas linéaire, on distingue trois phases : la première de 1 à 3  $\mu\text{m}$  où l’efficacité est maximale, la seconde de 3 à 10  $\mu\text{m}$  où l’efficacité diminue de façon très rapide par rapport au diamètre des fibres et enfin la phase de 10 à 25  $\mu\text{m}$  où l’efficacité diminue mais de façon moins prononcée. Cela nous montre notamment que dans la zone de 3 à 10  $\mu\text{m}$ , le diamètre des fibres est véritablement un paramètre important et très influent.

Le logarithme de la perte de charge est inversement proportionnel au logarithme du diamètre des fibres. Cela nous montre par exemple pour la zone de 1 à 3  $\mu\text{m}$ , l’efficacité de varie pas tandis que la perte de charge varie de  $10^4$  à  $10^3$  Pa soit dix fois moins.

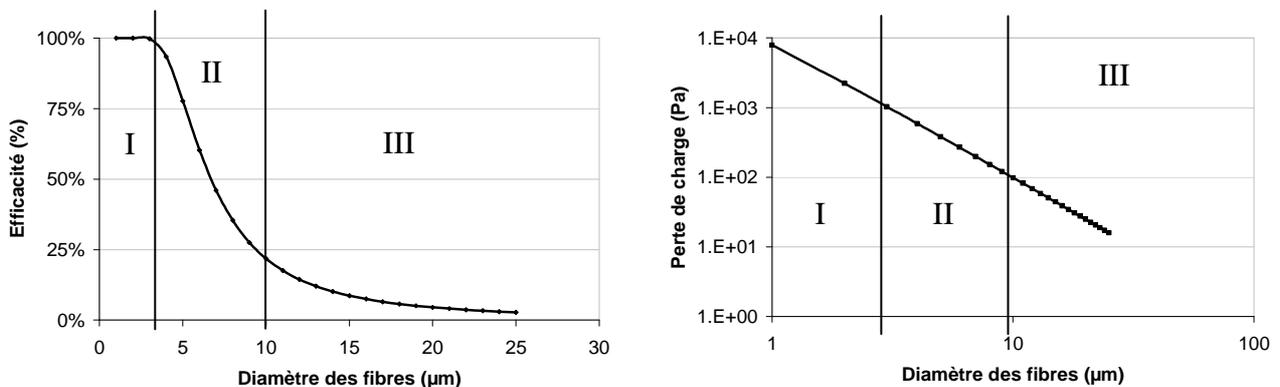


Figure I.8 - Influence du diamètre moyen des fibres sur l'efficacité et la perte de charge

Les observations sur les équations théoriques sont confirmées par plusieurs études [24, 25, 33, 34] : diminuer le diamètre des fibres a pour effet d’augmenter l’efficacité de filtration ainsi que la perte de charge du filtre. Dans ses travaux, Lamb [33, 35] fait intervenir la longueur volumique de fibre comme paramètre pertinent pour exprimer l’impact du diamètre des fibres sur l’efficacité de filtration (C’est en fait la longueur totale de fibre par unité de volume du nontissé). L’exprimer de cette façon permet de s’affranchir de la compacité du média filtrant et de ne s’intéresser qu’à l’effet des fibres sur la filtration (Figure I.9). On voit clairement sur cette figure que l’efficacité de filtration augmente linéairement avec le logarithme de la longueur totale de fibres par unité de volume. De même pour la Figure I.10, plus les fibres seront fines, plus la perte de charge sera élevée.

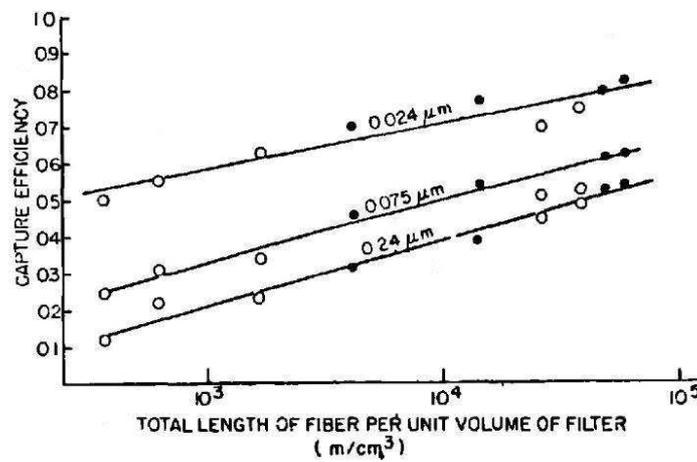


Figure I.9 - Influence de la longueur totale de fibre par unité de volume pour trois tailles de particules sur l'efficacité de filtration [33]

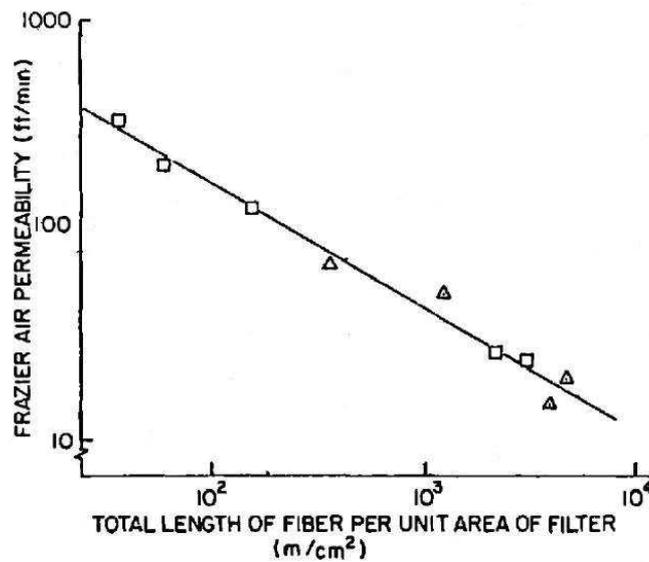


Figure I.10 - Influence de la longueur totale de fibres par unité de surface sur la perméabilité à l'air [33]

Dans les diverses études bibliographiques, la gamme de diamètre de fibres investiguées varie de 2 à 30  $\mu\text{m}$ . De plus récentes études sur des tailles de fibres à l’échelle nanométrique (en dessous de 500 nm), ont montré des résultats conformes à la théorie mais avec un ratio efficacité/perte de charge amélioré par rapport à des fibres à l’échelle du micron [36, 37, 38, 39]. Nous approfondirons plus cette partie sur les nanofibres dans la partie I.5 de cet état de l’art qui concernera les tendances actuelles.

### I.3.1.2. Epaisseur et compacité du nontissé

Si l’on regarde attentivement les équations (I.7) et (I.23) il apparaît qu’une augmentation de l’épaisseur accroît l’efficacité de filtration et la perte de charge, pour une masse surfacique et une densité de fibres constantes. En utilisant ces équations et en conservant constantes toutes les autres variables, on obtient les courbes suivantes qui illustrent ces équations. (Figure I.11)

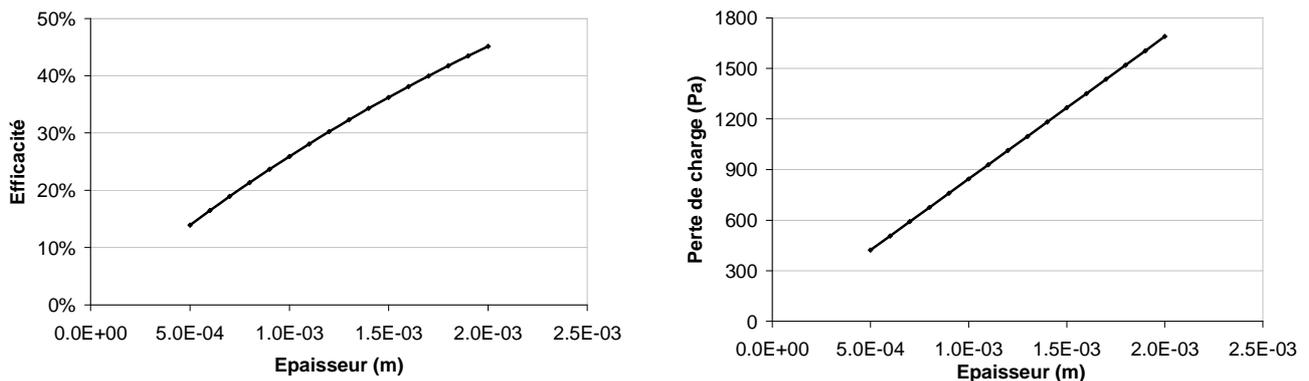


Figure I.11 - Influence théorique de l'épaisseur sur l'efficacité et la perte de charge

On remarque que l’augmentation d’efficacité n’est pas aussi importante que l’augmentation de perte de charge. On peut quand même se poser la question, que deviennent les propriétés de filtration lorsque l’on se retrouve dans le cas où l’épaisseur est infinie ou nulle ? Le premier cas considère que les particules seraient incapables de quitter la structure et dans le second cas, toutes les fibres seraient séparées et donc incapables de capturer des particules.

Si l’on reprend la même approche que ci-dessus avec la compacité, on obtient les courbes suivantes :

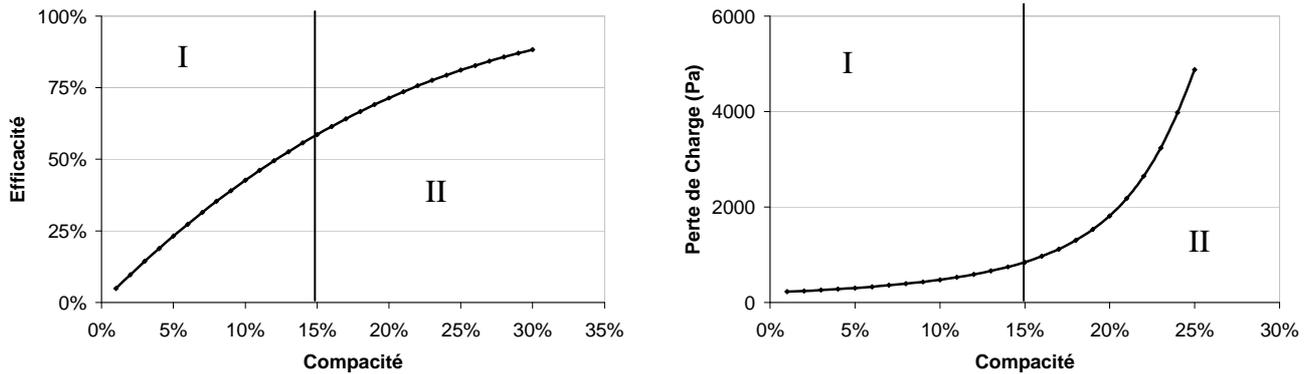


Figure I.12 - Influence théorique de la compacité sur l'efficacité et la perte de charge

On remarque deux phases pour chacune des courbes. Pour l'efficacité, on remarque qu'elle augmente très vite pour des compacités entre 0 et 15% dans notre cas et que par la suite l'augmentation est moins marquée avec l'apparition d'une asymptote probable aux alentours des 100% d'efficacité.

Pour la perte de charge, c'est le cas contraire, on a une perte de charge faible qui augmente peu de 0 à 15% de compacité et après 15% de compacité, on assiste à une augmentation très marquée. Encore une fois, cela montre qu'en filtration on parle toujours de compromis notamment dans ce cas où, pour avoir une perte de charge et une efficacité acceptables on préférera se situer à la frontière entre les deux phases.

La littérature confirme une partie de ces résultats avec cependant un impact plus important de la compacité sur la perte de charge du média filtrant que sur son efficacité de filtration. [33, 35, 40].

On voit clairement sur les Figure I.13 et Figure I.14 que la compacité a une influence sur l'efficacité de filtration pour des valeurs comprises entre 0.1 et 0.15 mais on assiste par la suite à un palier au-delà d'une compacité de 0.15. Par contre pour la perméabilité à l'air (Figure I.14), plus la compacité augmente, plus elle diminue suivant une tendance logarithmique. On se rend déjà compte que nous devons trouver un compromis entre ces deux caractéristiques structurelles afin d'obtenir le meilleur ratio efficacité/perméabilité.

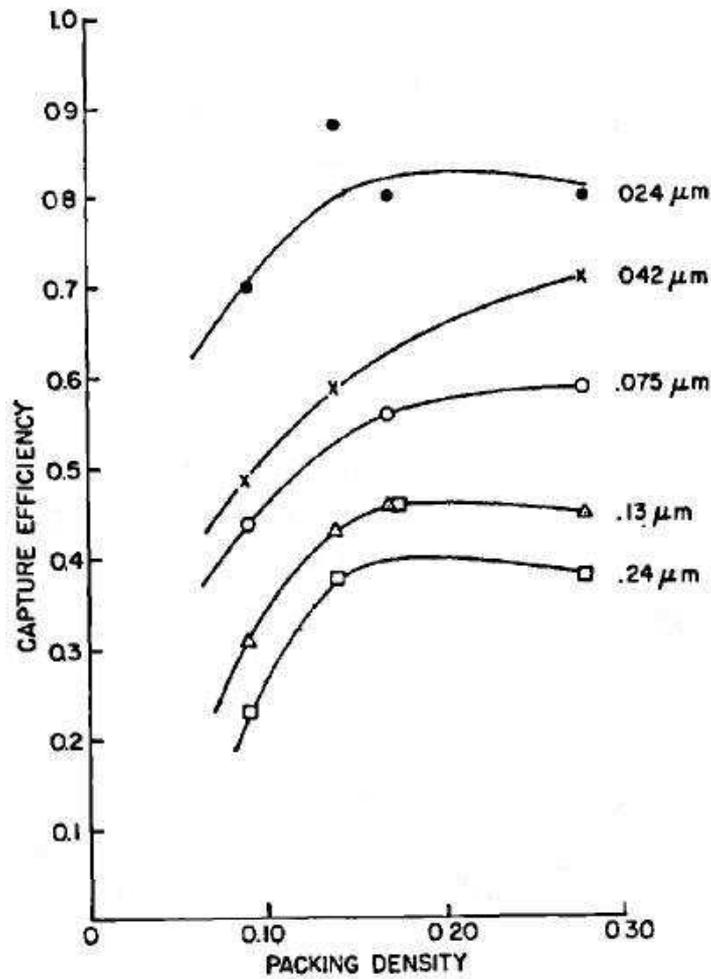


Figure I.13 - Influence de la compacité sur l'efficacité de filtration [33]

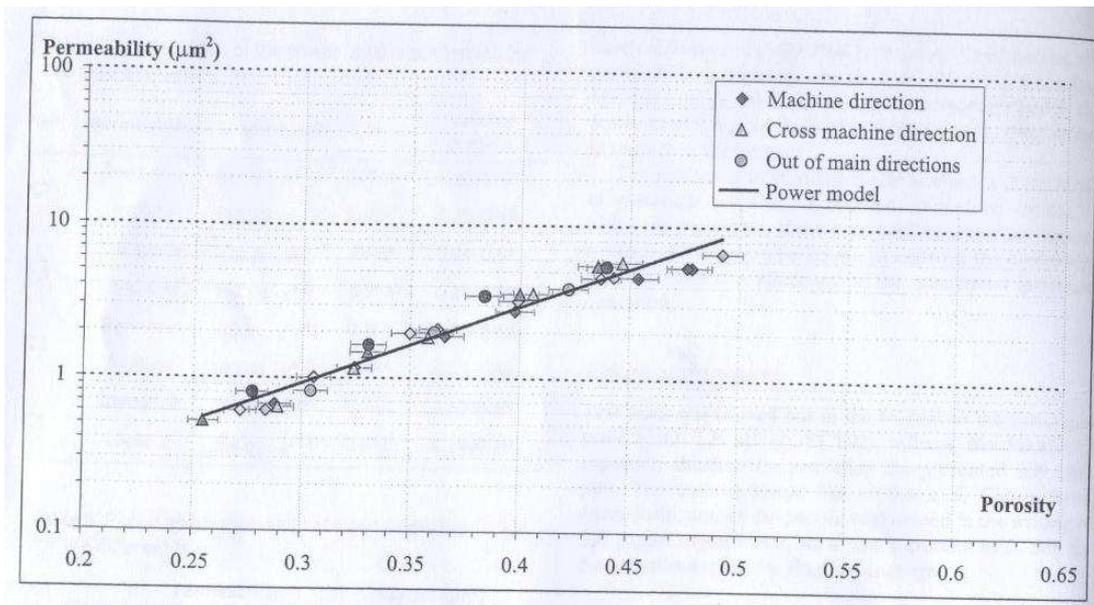


Figure I.14 - Influence de la compacité sur la perméabilité à l'air [40]

### I.3.1.3. Orientation et répartition des fibres

Il paraît évident que la qualité du voile de nontissé aura une influence sur les propriétés de filtration. Notamment en imaginant que, sur les bords du média filtrant, la densité de fibres soit deux fois moins élevée que dans le centre, l’efficacité de filtration sera plus faible et la perméabilité à l’air meilleure.

Une étude récente [41] nous montre que l’on peut améliorer le ratio perméabilité à l’air/efficacité de filtration (via le facteur de qualité) en orientant les fibres dans la direction du flux d’air. De même cette étude nous montre que l’on peut favoriser les effets de coalescence notamment pour les aérosols liquides. (Figure I.15)

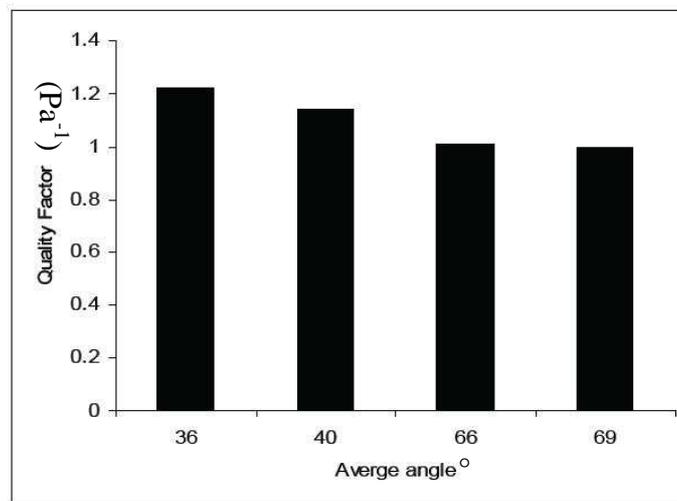


Figure I.15 - Influence de l'orientation des fibres sur le facteur de qualité [41]

Les travaux de Chase et al. [42], nous montrent qu’avec des angles d’orientation de fibres pouvant varier de 20°, les propriétés de filtration évoluent dans le même sens.

### I.3.1.4. Forme de la section des fibres

La géométrie de la section des fibres permet d’augmenter la surface spécifique des fibres sans pour autant augmenter son diamètre équivalent en micron. Plusieurs études [35, 43] montrent qu’en utilisant des fibres multilobées (deux, trois... lobes) on augmente l’efficacité de filtration sans pour autant dégrader l’aspect perte de charge. (Figure I.16)

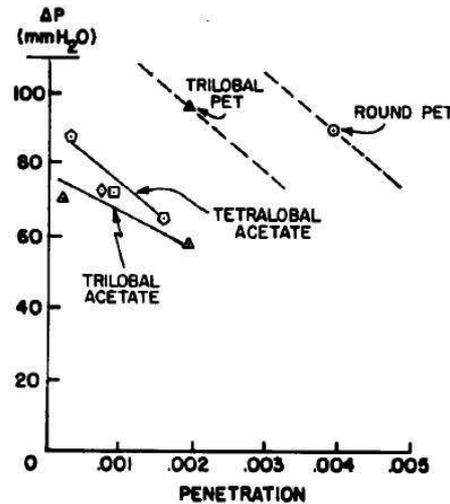


Figure I.16 – Influence de la forme de la section des fibres sur les performances de filtration [43]

Les récents développements en manufacture de fibres nous permettront dans nos travaux de tester différentes géométries de fibres et de vérifier et comprendre l’influence de ce paramètre sur les propriétés de filtration.

### I.3.2. Influence des paramètres de fabrication

Peu de littérature évoque cet aspect et les conséquences des paramètres de fabrication sur les performances de filtration. Cependant, I. Krucinska [44] montre que dans le cas de nontissés obtenus par aiguilletage, la jauge des aiguilles ou encore la profondeur de pénétration ont un effet sur les propriétés de filtration d’après l’analyse de variance obtenue sur le plan d’expérience (Tableau I.5).

Tableau I.5 - Effet des différents paramètres (fabrications et structures) sur les propriétés de filtration [44]

Factors included in the model	Factor	Standardised effect	Coefficient estimate	Significance level p-value
	A: number of needle punching	-0.0049	-0.0025	0.8589
X	B: gauge of needle	5.4578	2.7289	0.0001
X	C: mass per unit area	2.1780	1.089	0.0051
X	D: linear density of PP fibres	3.0165	1.5082	0.0003
	E: length of PP fibres	-0.6026	-0.3013	0.5568
X	F: linear density of PA fibres	5.3227	2.6613	0.0001
	G: length of PA fibres	-1.8921	-0.9460	0.0304
X	H: depth of needle punching	3.0912	1.5456	0.0002
X	J: surface content of PA fibres	1.8677	0.9338	0.0138
	AB	-1.0324	-0.5162	0.2582
	AC	1.1399	0.5699	0.1061
X	AD	4.7997	2.3999	0.0001
X	AE	6.0113	3.0057	0.0001
X	AG	3.6750	1.8375	0.0001
X	AH	3.0892	1.5446	0.0002

### I.3.3. Influence des conditions opératoires liées à la filtration

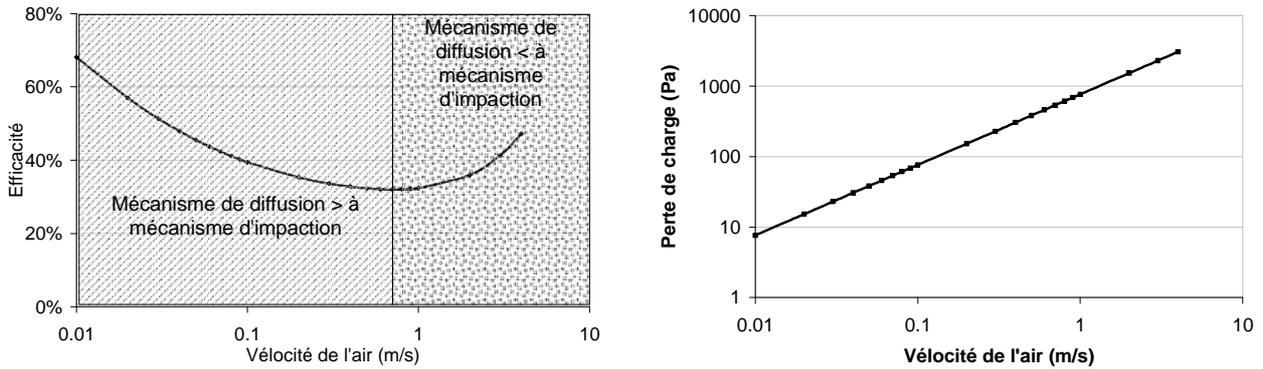


Figure I.17 - Influence théorique de la vitesse de l'air sur l'efficacité et la perte de charge dans des conditions d'écoulement laminaire.

A l'aide de l'équation (I.23) et des équations des trois mécanismes de capture des particules, on peut dresser les deux courbes de la Figure I.17 présentant l'influence de la vitesse de l'air sur l'efficacité et la perte de charge, du point de vue théorique. On considère pour ce cas, que les caractéristiques structurales du nontissé sont constantes et que seule la vitesse varie. On remarque que pour le cas de l'efficacité, on peut séparer la courbe en deux zones, l'une où elle décroît et l'autre où elle augmente. La première zone correspond à la prédominance de l'effet de diffusion. En effet, à des faibles vitesses de l'air, l'agitation thermique des particules est importante et l'adhésion particules/fibres sera plus importante que les forces exercées par le flux d'air [45]. Plus on va augmenter la vitesse, plus la pénétration des particules va augmenter aussi [46], jusqu'à ce que l'on arrive à la seconde phase où l'efficacité augmente. Dans cette zone, le mécanisme d'impaction est prédominant. En effet, les forces exercées par le flux d'air entraînent les particules, même celles qui étaient soumises à l'agitation thermique [47]. Dans notre exemple, la zone où l'efficacité est minimale est comprise entre 0,1 et 2 m/s, à cet endroit les forces de collection par impaction et diffusion sont minimales, c'est la zone sur laquelle nous effectuerons nos tests de filtration.

Concernant la perte de charge, elle est proportionnellement linéaire à la vitesse respectant la loi de Darcy [17] pour des filtres dits « vierges ». En effet on verra dans la suite de cet état de l'art que lors du colmatage d'un filtre, ces propriétés de filtration évoluent différemment.

Bien entendu, la perte de charge augmentera de façon linéaire avec l'augmentation de la vitesse pour les filtres vierges.

### I.3.4. Charges électrostatiques

De nombreux médias filtrants, dont les masques respiratoires, sont pourvus de charges électrostatiques, on les nomme filtres électrets. C’est un traitement qui peut être effectué pendant ou après la fabrication du nontissé. Sont but est d’améliorer l’efficacité de filtration sans modifier la structure et donc de garder une perte de charge faible [46, 48, 49]. Sur la Figure I.18, on voit que la charge électrostatique permet d’obtenir des performances quasi équivalentes en terme d’efficacité à des médias HEPA mais en ayant des pertes de charges plus acceptables.

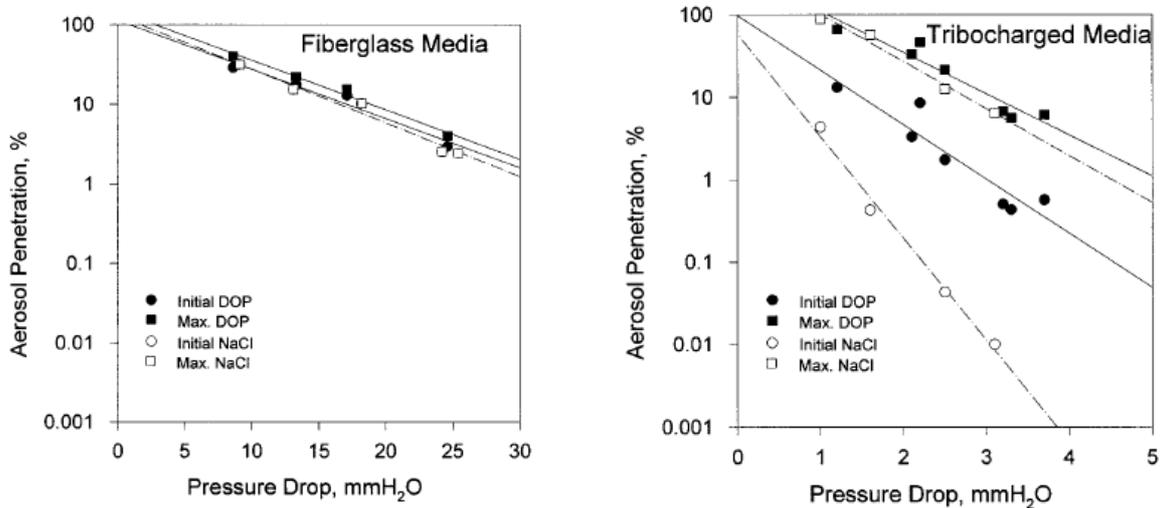


Figure I.18 - Comparaison des performances de filtration initiale (ronds) et au colmatage (carrés) entre un média non-chargé (à gauche) et chargé (à droite) [48]

Deux techniques principales sont utilisées pour obtenir ce type de produit : l’effet tribo-électrique ou la décharge couronne (ou effet corona).

#### I.3.4.1. L’effet tribo-électrique

Ce traitement s’applique en majorité à des mélanges de fibres grossières d’un diamètre de l’ordre de 20 à 100µm. [48, 50] Le but est donc de mélanger dans une carte deux polymères, l’un chargé positivement et l’autre négativement afin de créer des ponts électrostatiques entre les deux matériaux (Figure I.19). Les polymères généralement utilisés sont le polypropylène (PP) et le polyamide 6-6 ou encore la laine.

Voici un tableau de classement non exhaustif regroupant les triboélectricités des polymères :



Généralement le filtre est aiguilleté après l’opération de cardage afin d’obtenir un feutre assez épais pour une bonne efficacité et une bonne perte de charge. En effet, l’efficacité (ramenée à une masse surfacique de 300 g/m<sup>2</sup>) est optimale pour un mélange 50/50 laine/PP. Si le pourcentage de laine est en excédent ou déficit, l’efficacité de filtration n’est pas optimale. L’échange de charge se réalise donc lorsque l’on a un équilibre de masse de matériaux utilisés. On aperçoit aussi dans ce tableau que l’effet semble être altéré après 24h où l’efficacité est moins performante.

### I.3.4.2. Décharge couronne

La décharge couronne est une ionisation stable du gaz entourant une électrode de faible rayon de courbure reliée à la haute tension. L’ionisation du gaz est due au fort champ électrique avoisinant la surface de l’électrode. La décharge couronne peut être établie en polarité négative ou positive suivant les besoins. Les machines réalisant des décharges de type couronne sont composées d’électrodes asymétriques, c’est-à-dire qu’au moins l’une des électrodes présente des aspérités de surface comme par exemple des pointes. On a donc formation de zones ayant un potentiel électrique plus important au niveau des aspérités. Ceci favorise la formation d’arcs électriques reliant l’électrode et la contre-électrode. La décharge obtenue est donc fortement hétérogène et les électrons libres la constituant sont très chauds [52, 53]. Le résultat nous donne une fibre chargée de la même façon qu’un dipôle avec des charges positives d’un côté et des charges négatives de l’autre. (Figure I.19).

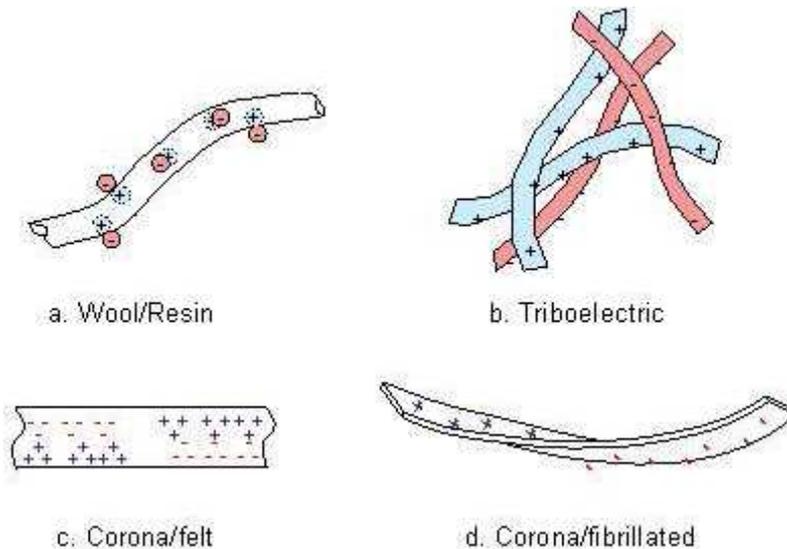


Figure I.19 - Exemple de charges créées par effet tribo ou corona [50]

### I.3.4.3. Vieillessement des charges électrostatiques

Divers problèmes sont relatés dans la littérature concernant la durée de vie de ces charges, notamment pour l’effet tribo-électrique [51] ainsi que l’exposition de ces charges aux solvants. De récentes études montrent que les solvants déchargent les filtres et donc altèrent l’efficacité de filtration [46, 50], comme par exemple sur la Figure I.20. Ce traitement électrostatique utilisé pour les masques respiratoires montre donc un inconvénient et une incompatibilité à pouvoir effectuer une fonctionnalisation dans le cadre de notre étude. La fonctionnalisation utilise elle-même un principe actif qui détruit le traitement électrostatique.

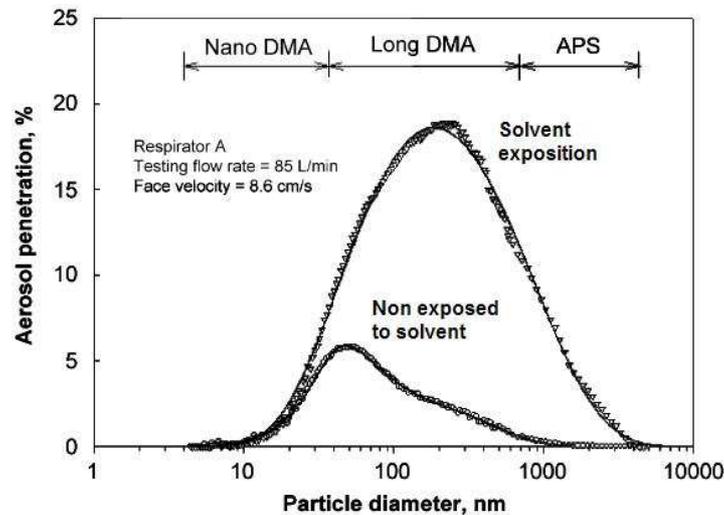


Figure I.20 - Influence de l'exposition d'un solvant d'isopropanol sur l'efficacité de filtration d'un masque respiratoire [46]

## I.3.5. Influence des caractéristiques de l’aérosol

### I.3.5.1. Définitions

Les aérosols sont définis par la norme NF X 44-001 [54] comme toute suspension dans un milieu gazeux de particules solides ou liquides. On distingue deux grandes catégories de particules :

#### - Les particules inertes

Leur origine est naturelle (érosion, éruptions volcaniques...), ou liée à l’activité humaine (combustions, exploitations minières ou agricoles, industries métallurgiques...)

Ex : cendres, fumées, suie, poussières, amiante, molécules gazeuses...

- **Les particules viables ou biologiques**

Lorsque les conditions de leur développement sont réunies (nourriture + conditions climatiques), ces particules sont susceptibles de se reproduire. On peut les classer en trois catégories :

- Pathogènes (organismes pouvant induire des modifications ou manifestations nuisibles chez un être vivant)
- Opportunistes (leur risque d’action pathogène dépend de la fragilisation du sujet ou de son état de réceptivité)
- Sacrophytes ou commensales (organismes pouvant vivre et se développer chez un être vivant sans entraîner de manifestations)

Ex : acariens, spores, bactéries, virus...

Ces bioaérosols sont regroupés en trois classes : les virus, bactéries et les fungi. Leur transmission se fait par voie aérienne, notamment par des postillons, éternuements, toussotements [57]. Cependant, la transmission dépend des facteurs suivants :

- Immunité de l’hôte
- Temps d’exposition
- Virulence de l’agent pathogène
- Débit respiratoire de l’hôte
- Trajectoire de l’infection (bouche, nez...)

Plusieurs facteurs environnementaux détruisent ces bioaérosols, comme les rayons ultraviolets, les températures extrêmes, l’oxygène ou encore l’air sec [55, 56].

La *Figure I.21* nous montre la taille relative de ces aérosols pathogènes qui influencera la qualité de la filtration.

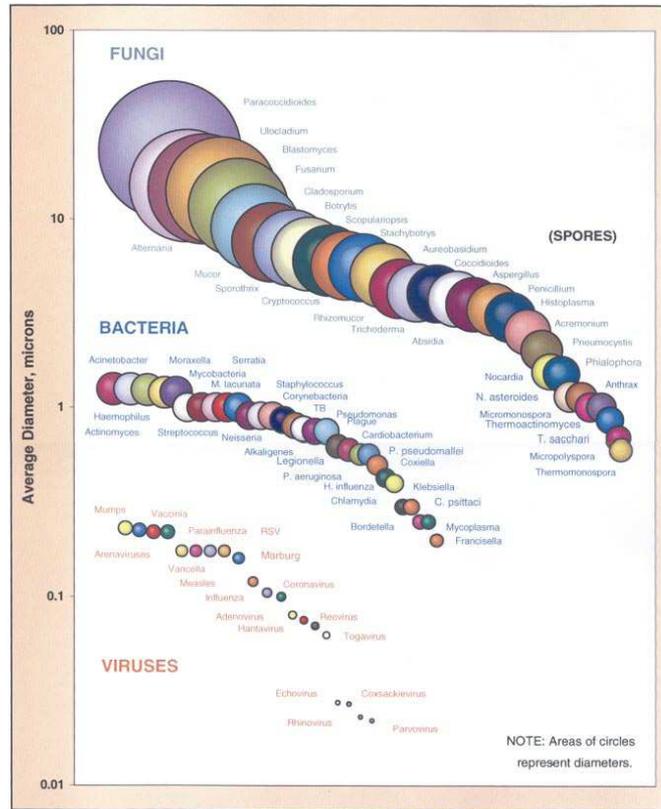


Figure I.21 - Taille relative des bioaérosols [57]

### I.3.5.2. Taille des particules

Comme le montre la Figure I.22, les aérosols présents dans l’air peuvent être de tailles très différentes et chaque taille fait référence à une catégorie de filtration faisant appel à divers technologies.

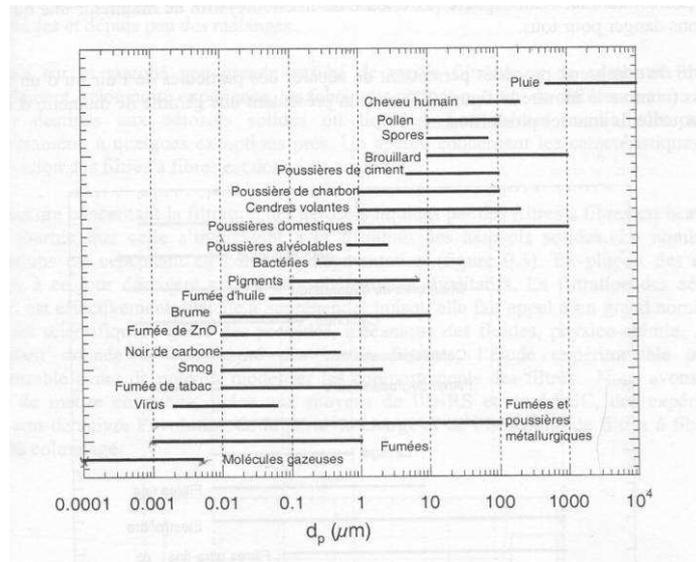


Figure I.22 - Nature et taille d'aérosols présents dans l'air [58].

Comme nous l’avons vu dans la partie I.2.2, l’efficacité totale de collection est la résultante des trois mécanismes essentiels de capture des particules (diffusion, interception, impaction). En exprimant l’efficacité en fonction de la taille des particules (Figure I.23) on obtient le profil suivant :

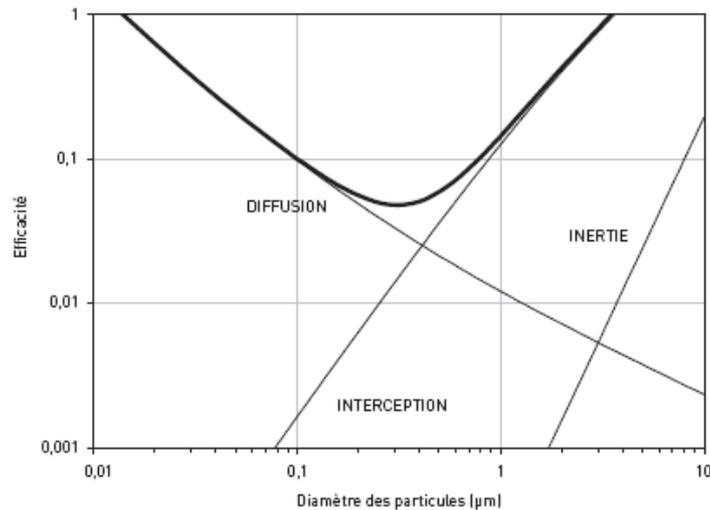


Figure I.23 - Efficacité totale de filtration en fonction de la granulométrie [32]

Pour des tailles de particules comprises entre 0,1 et 1  $\mu\text{m}$  l’efficacité est minimale. Ce domaine correspond à des particules qui sont trop grosses pour que l’effet de diffusion soit efficace et trop petites pour que les mécanismes d’interception et d’impaction jouent un rôle prépondérant. Cette plage de particule est appelée « taille de la particule la plus pénétrante » ce qui nous donne en anglais « Most Penetrating Particle Size » (MPPS). Ce sont les particules les plus difficiles à filtrer. C’est dans ce domaine qu’est déterminée l’efficacité d’un bon nombre de filtres qu’ils soient de type HEPA ou ULPA, demi-masques respiratoires ou encore les filtres fins. Il s’agit là des conditions les plus contraignantes pour un média de filtration. C’est dans cette zone que l’on retrouve de nombreux bio-aérosols comme les bactéries et les virus.

Il ressort de la Figure I.23 que, pour les particules en dessous de 0,1  $\mu\text{m}$  là où l’effet de diffusion est majoritaire, que l’efficacité augmente, ce qui n’est pas évident à première vue. Cela signifie que les particules de taille nanométrique sont bien mieux filtrées. Cependant l’évolution de l’efficacité de filtration dans ce domaine de particules est incertaine pour des raisons évidentes de mesure. Certains auteurs ont prétendu qu’un phénomène de rebond thermique pour les particules de 10 à 20 nm pourrait perturber l’efficacité. G. Mouret et al [59] ont mené des études sur cette plage granulométrique et sont arrivés à la conclusion que

ces particules sont filtrées à 100% par des filtres HEPA ou ULPA et que le phénomène de rebond thermique n’intervient pas.

Pour les particules supérieures à 10 $\mu$ m, il arrive que l’efficacité après avoir augmentée diminue à partir d’une certaine vitesse de filtration. Cela est dû, majoritairement, au fait que les particules sont animées d’une vitesse suffisamment forte pour que les chocs sur les fibres se fassent avec rebond. Il se peut également, surtout lorsque le filtre est colmaté, que des particules migrent vers la couche poreuse et finissent par être réentraînées lorsqu’elles arrivent au voisinage de la face de sortie.

Dans le cadre de cette thèse, nous travaillerons uniquement dans la zone MPPS, la plus contraignante.

### **I.3.5.3. Colmatage**

Le comportement des filtres sera différent selon la nature de la particule, qu’elle soit liquide ou solide ou encore d’origine biologique. Plusieurs auteurs se sont intéressés au colmatage des filtres par des aérosols solides ou des aérosols liquides mais aussi avec les deux [16, 32, 60, 61, 62]. Les Figure I.24 et Figure I.27 nous montrent deux courbes de colmatage, l’une avec un aérosol solide et l’autre avec un aérosol liquide. On s’aperçoit très vite que les comportements d’efficacité et de perte de charge en fonction de la masse de particules générées ne sont pas identiques. Pour l’aérosol solide, la perte de charge et l’efficacité augmentent au cours du temps. On peut distinguer trois phases :

- Une phase où les particules sont collectées au sein du filtre (filtration en profondeur)
- Une phase de transition au cours de laquelle un dépôt de particules commence à apparaître en surface du filtre
- Une phase conditionnée uniquement par la filtration en surface. (Filtration gâteau)

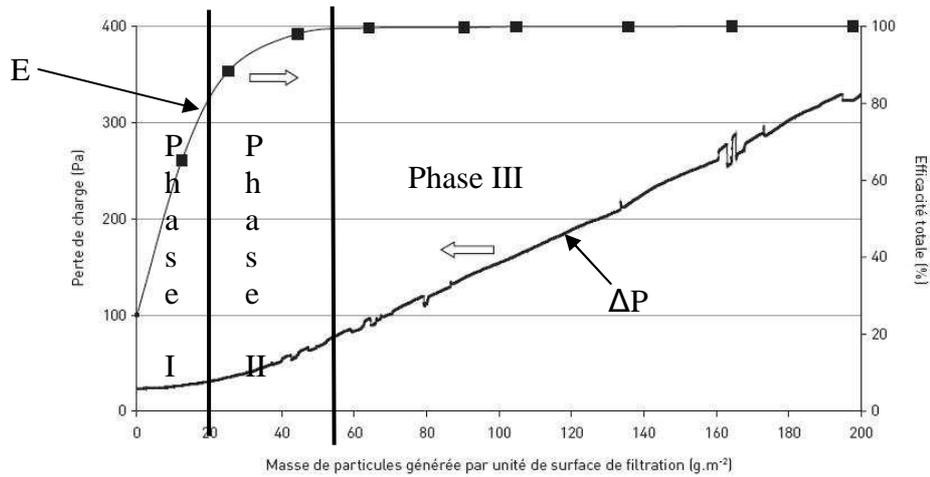


Figure I.24 - Evolution de la perte de charge et de l'efficacité au cours du colmatage d'un filtre par un aérosol solide micronique [32]

Dans le cas de la filtration par des aérosols solides, la perte de charge du filtre sera plus importante pour des particules submicroniques. En effet, à ces dimensions, les particules collectées forment des dendrites offrant une surface à l'écoulement plus importante. Dans le cas de particules microniques, le dépôt se présente sous forme d'agrégats (Figure I.25).

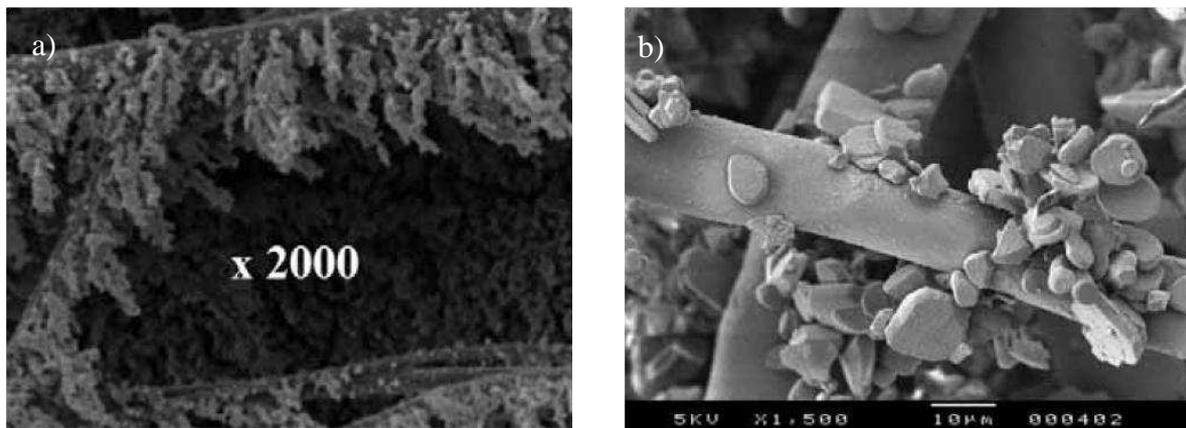


Figure I.25 - Colmatage par des aérosols solides. a) Colmatage par des particules submicroniques et formation de dendrites. b) Colmatage par des particules microniques et formation d'agrégats. [32]

Dans le cas de la filtration par un aérosol liquide non volatil, l'évolution se caractérise, selon les auteurs [16, 63] par trois ou quatre phases :

- Une première phase où les gouttelettes collectées se déposent sous forme de perle sur les fibres avec augmentation de la perte de charge et de la perméance (Figure I.26)
- Une seconde phase où les gouttes coalescent sur les fibres
- Une troisième phase où des ponts liquides, voire un film, se forment aux interstices des fibres du filtre (Figure I.26)

- Une quatrième phase où l’on a collection du liquide et drainage en pieds de filtre. On aboutit alors à un état pseudo stationnaire.

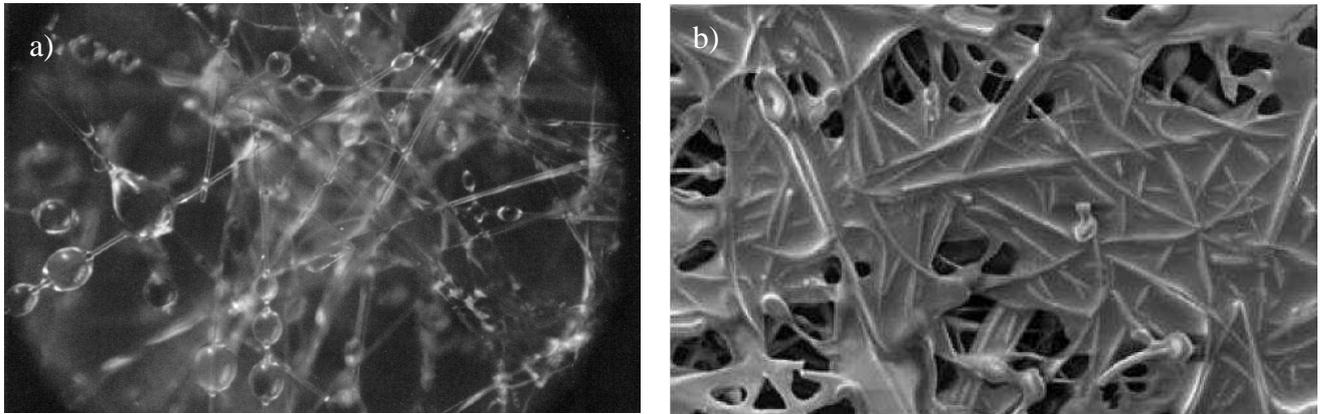


Figure I.26 - Vue au microscope des phases de colmatage d'un filtre THE pour un aérosol liquide. a) Phase I – Formation de gouttelettes perlées. b) Phase III – Formation d'un film entre les pores du filtre. [62]

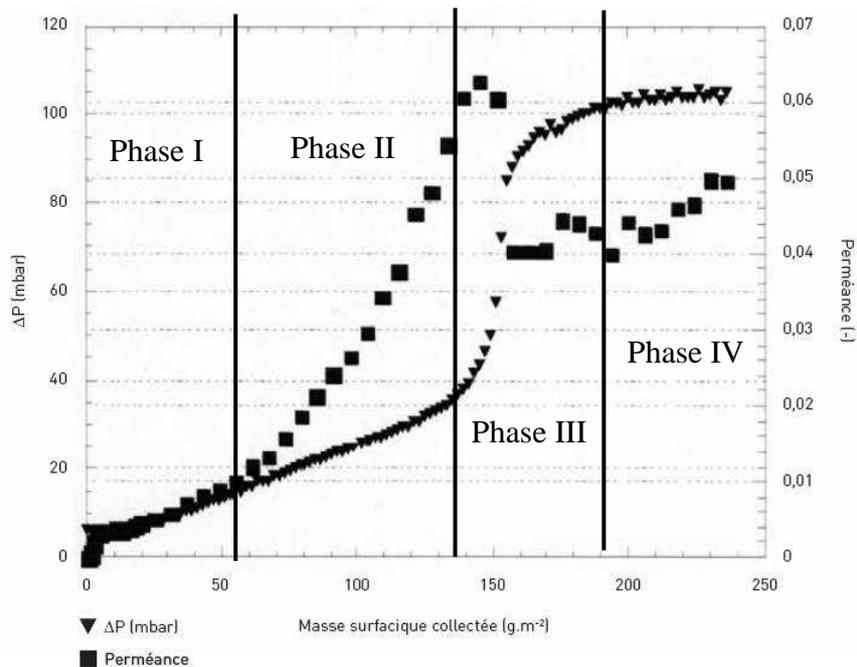


Figure I.27 - Evolution de la perte de charge et de la pénétration d'un filtre THE pendant le colmatage par un aérosol liquide [16]

Il est intéressant de voir dans le cas de la filtration de l’aérosol liquide que la perméance (pénétration) augmente au fur et à mesure du colmatage ce qui n’est pas le cas avec l’aérosol solide.

Il paraît évident que ces phénomènes de formation de gouttelettes ou de coalescence ne sont possibles qu’avec des fibres hydrophobes ou ayant une tension de surface suffisamment élevée afin de créer ce phénomène. La majorité des matériaux utilisés dans la conception des

filtres sont des polymères plutôt hydrophobes, le problème ne se pose donc que très peu. Mais qu’advierait-il de ces phénomènes si l’on utilisait des fibres hydrophiles ?

Raynor et al. [62] ont tenté d’expliquer ces phénomènes à partir d’une étude sur les aérosols liquides. Ils arrivent à la conclusion qu’une partie des aérosols liquides s’évaporent en amont du filtre et passent à travers sans rencontre d’obstacles. Une partie des gouttelettes passe à travers le filtre sous forme liquide, et cette proportion dépend de la qualité du média filtrant. Les gouttelettes déjà collectées sur les filtres peuvent être ré-entraînées par le flux d’air pour des vitesses de filtration très élevées. Le liquide filtré peut également s’évaporer à partir du filtre et enfin le liquide capturé par le filtre va drainer vers le bas du médium filtrant en grande partie et l’autre partie sera piégée dans le filtre par capillarité. (Figure I.28)

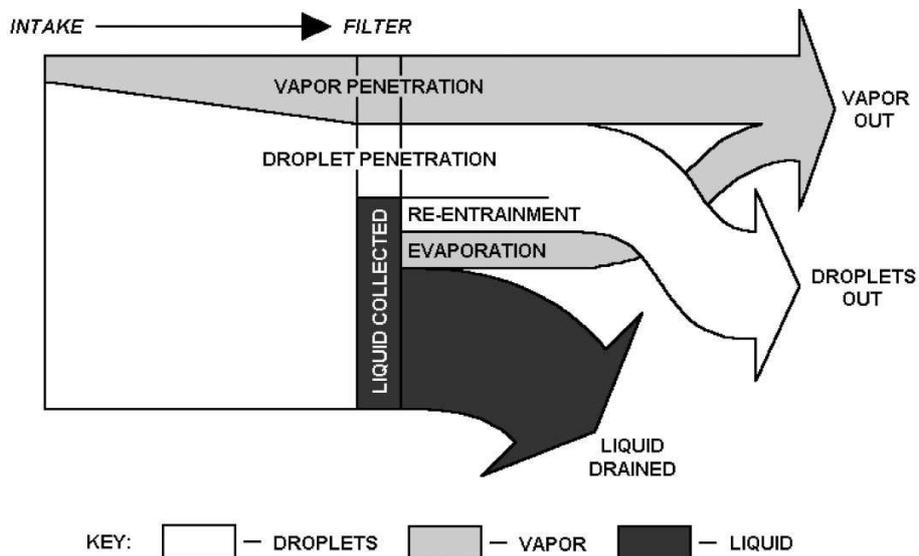


Figure I.28 - Diagramme schématique des processus pouvant affecter la filtration de particules liquides par un média filtrant [62]

Dans le cas d’un mélange d’aérosols liquides et solides, on constate une évolution de la perte de charge supérieure à celle du liquide ou du solide seul avec cinq étapes (Figure I.29): une faible augmentation au départ, une forte croissance, un pseudo-palier où la perte de charge croît légèrement, une seconde croissante puis un second palier où un drainage de liquide est observé. Le dernier palier est cependant beaucoup plus élevé que celui du liquide seul [16, 32, 60]. L’utilisation de ces mélanges d’aérosols liquides et solides est beaucoup plus représentative de ce que l’on peut retrouver dans l’atmosphère ou dans l’industrie.

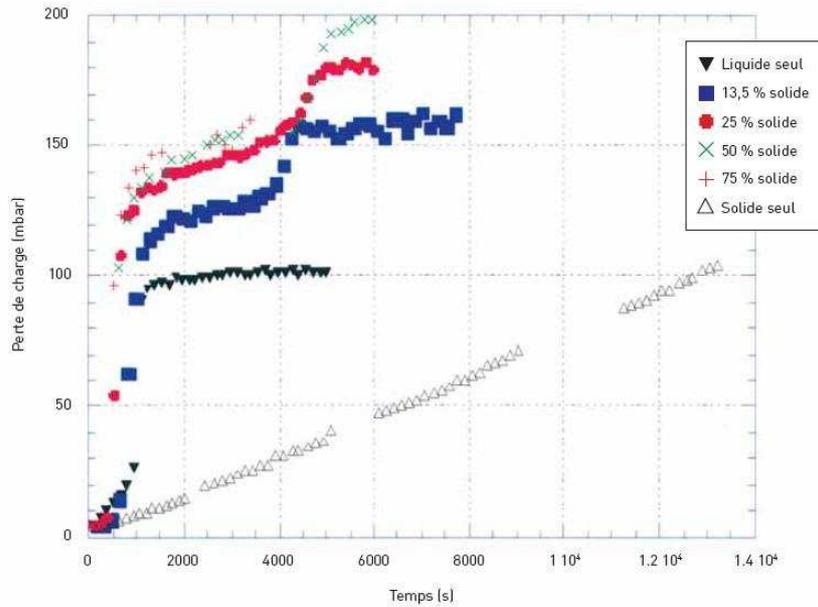


Figure I.29 - Comparaison des différents pourcentages étudiés en fonction du temps [22]

On remarque par ailleurs que la perte de charge est beaucoup plus élevée et ce très rapidement avec un aérosol liquide par rapport à un aérosol solide.

Dans le cas des filtres dont les fibres sont chargées électriquement, l’évolution de l’efficacité est complexe et présente généralement une phase de décroissance en début de colmatage, à la différence des filtres standards comme le montre la Figure I.30.

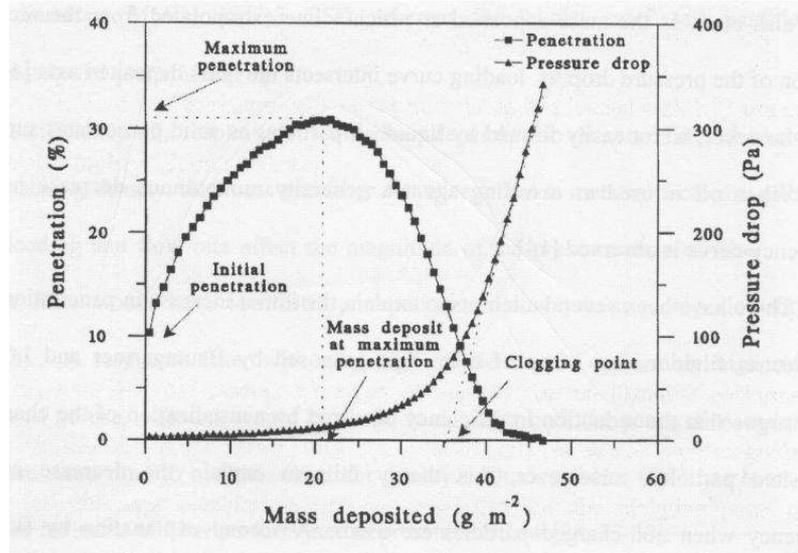


Figure I.30 - Variations de la perte de charge et de l’efficacité d’un filtre de type électret lors d’un colmatage par un aérosol solide submicronique [64].

Walsh et al. [65, 66] ont étudié l’impact de la nature de l’aérosol sur la filtration des filtres électrets et ont montré que les particules solides submicroniques déchargent plus vite les filtres que d’autres particules à cause de la formation de dendrites qui empêchent l’attraction

d’autres particules. En augmentant la distance entre dendrites et fibres chargées, on minimise l’effet électrostatique.

Concernant les bio-aérosols, une étude récente montre qu’il y a peu de différence de comportement en filtration entre un aérosol liquide de NaCl et un virus bactériophage MS2 [67].

## **I.4. Cas spécifique : Les masques respiratoires**

Nous souhaitons évoquer les masques respiratoires dans notre état de l’art car ils représentent des produits pour lesquels il est nécessaire d’avoir des pertes de charges faibles et des efficacités élevées pour des épaisseurs très faibles, de l’ordre du millimètre sur de faibles surfaces de filtration. Nos études sont basées sur cette problématique, il nous semble donc judicieux de faire un état de l’art de ces produits. De plus, il est nécessaire dans le cas du masque respiratoire de pouvoir filtrer dans deux sens, à l’inspiration et à l’expiration.

### **I.4.1. Fabrication**

A l’heure actuelle et dans des soucis de production pour de gros volumes, la fabrication des masques respiratoires est obtenue par la conception de structures multicouches composées de nontissés obtenus par voie fondue : Spunbond et Meltblown.

Les procédés voie fondue (Figure I.31) partent du polymère sous forme de granulé qui sera extrudé puis filé afin de former directement une nappe de filaments. Dans le cas où, la phase de formation consiste après filage à refroidir, étirer et déposer des filaments sur un tapis en mouvement on parle de spunbond. Dans le cas où le polymère est soufflé par air chaud avant même de le refroidir, on parle alors de meltblown. On utilise exclusivement des fibres thermoplastiques comme le Polypropylène (PP), le PolyButhylène Téréphtalate (PBT) et le PolyEthylène Téréphtalate (PET) appelé communément Polyester. Cette technique est souvent associée à une consolidation thermique par calandrage. L’aiguilletage et le liage par jets d’eau sont possibles dans certaines conditions.

Les masses surfaciques de voiles peuvent aller de 3 g/m<sup>2</sup> à 1000 g/m<sup>2</sup> pour une laize pouvant aller au-delà de 4 m. La structure obtenue est quasi isotrope. Des vitesses jusqu’à 600 m/min sont envisageables en voile léger. La finesse des fibres obtenues est couramment comprise entre 0.5 et 10 µm pour le meltblown et entre 1 et 50 µm pour le spunbond. Il est possible de réaliser une co-extrusion de polymères afin d’obtenir des filaments bi-composants qui permettent entre autres de descendre à des finesses de fibres submicroniques.

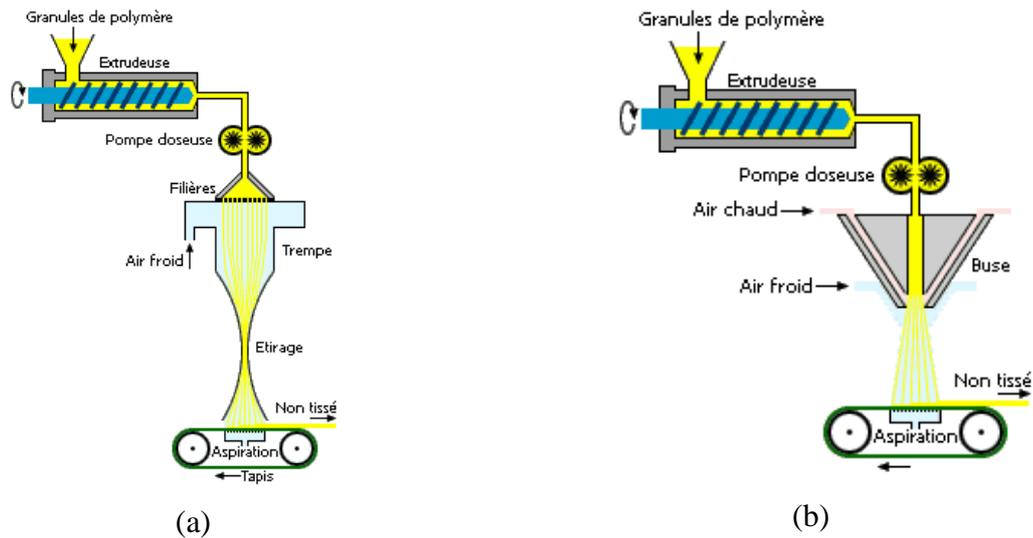


Figure I.31 - Exemples de procédés en voie fondue. (a) Procédé Spunbond. (b) Procédé Meltblown. Source CERIG

Le procédé meltblown permettant d’obtenir des fibres très fines ( $< 5\mu\text{m}$ ), sera utilisé pour développer les structures filtrantes. Cependant le meltblown conduit à des nontissés très fragiles, difficiles à manipuler et peu résistants à l’abrasion en raison de la faible cohésion des fibres. C’est pourquoi on utilise le spunbond qui permet d’avoir un produit avec des propriétés mécaniques plus intéressantes mais n’intervenant pas dans le processus de filtration car les fibres sont trop grosses ( $> 20\ \mu\text{m}$ ). Ces deux procédés par voie fondue permettent de réaliser des structures composites de type Spun/Melt à des vitesses de production pouvant atteindre 600 m/min pour des masses surfaciques de 20 à 30 g/m<sup>2</sup> sur une laize de 3 m. Les masques respiratoires sont donc des produits que l’on nomme dans le jargon textile SMS (Spunbond Meltblown Spunbond) avec un nombre de couches de meltblown variable selon les fabricants et l’application du masque (Figure I.32). D’après Shen et al., l’ordre des couches filtrantes et protectrices importe peu sur les propriétés de filtration, les particules seront toujours captées par les nontissés meltblown [68].

Les matériaux couramment utilisés sont le PET, le PBT et le PP, cependant pour la fixation des charges il est préférable d’utiliser le polypropylène de part sa capacité à se charger et sa position sur l’échelle triboélectrique [50] mais aussi, pour des raisons économiques.

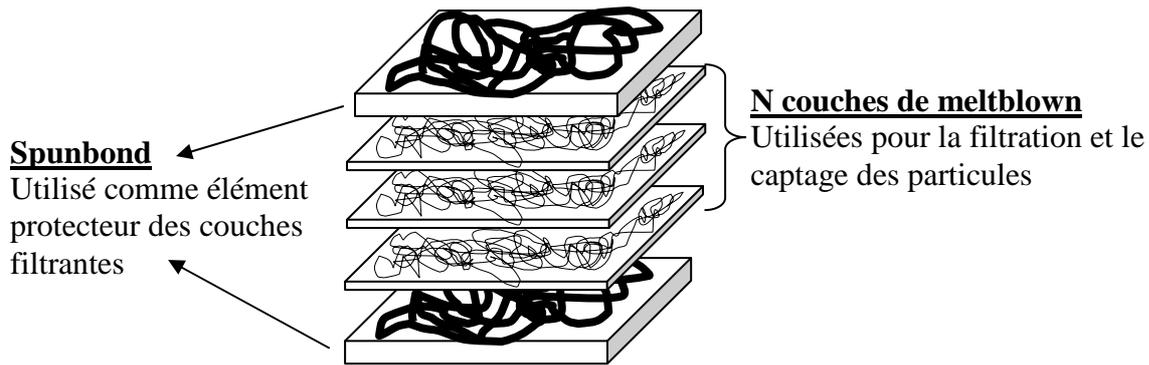


Figure I.32 - Superposition des couches spunbond et meltblown dans un masque respiratoire

Ces différentes couches de non tissés peuvent être assemblées de plusieurs façons, elles sont tout d’abord consolidées par calandrage puis l’assemblage s’effectue par soudures à ultrasons ou par soudures à infrarouges.

Nous avons évoqué dans la partie I.3.4, l’utilisation de charges électrostatiques dans les masques respiratoires afin d’améliorer le compromis perméabilité à l’air/efficacité des produit. Ce traitement électrostatique peut s’effectuer on-line lors de la formation des filaments de meltblown lors du soufflage [69]. Par effet corona, qui provoque l’ionisation du fluide utilisé, des charges se développent à la surface des fibres ce qui va permettre une meilleure fixation par rapport à l’effet triboélectrique puisque le filament sera à l’état caoutchouteux. En effet d’après Tsai et al. [70], si le polymère est à l’état solide, les chaînes moléculaires sont trop rigides et trop denses pour permettre aux charges de pénétrer dans les fibres. De même, si le polymère est au dessus de son point de fusion, la chaleur va expulser les charges. Il faut donc se retrouver dans un état caoutchouteux entre la température de transition vitreuse et la température de fusion du polymère.

#### I.4.2. Normalisation

L’efficacité des filtres anti-aérosols, que les aérosols soient solides ou liquides, est évaluée au moyen d’un essai normalisé ISO EN 149 [71] utilisant un aérosol de diamètre moyen  $0,6 \mu\text{m}$  (particules de  $0,01$  à  $1 \mu\text{m}$ ). Les deux aérosols de références sont le chlorure de sodium (NaCl), un aérosol solide ou l’huile de paraffine, un aérosol liquide. Le test est effectué pendant 3 minutes et indiquera les valeurs d’efficacité et de résistance respiratoire pour un débit de  $95 \text{ l/min}$  ( $0,2 \text{ m/s}$ ). Les filtres sont ainsi classés selon leur efficacité en trois classes (P1, P2 et P3)

- Les filtres P1 ou FFP1 (Filtering Face Piece, en anglais) arrêtent au moins **80%** de l’aérosol
- Les filtres P2 ou FFP2 arrêtent au moins **94%** de l’aérosol
- Les filtres P3 ou FFP3 arrêtent au moins **99%** de l’aérosol

Le deuxième paramètre évalué est la résistance respiratoire, qui va notamment caractériser le confort respiratoire de l'utilisateur et la durée de vie du produit estimée entre 4 et 8h pour les masques actuels [71]. Elle est évaluée pour trois débits dont deux simulant l'inspiration (30 et 95 l/min – 0,064 et 0,2 m/s) et le troisième, l'expiration (160 l/min – 0,34 m/s). Les données sont regroupées dans le Tableau I.8.

La pièce faciale doit assurer l'étanchéité entre l'atmosphère ambiante et l'intérieur de l'appareil. Comme nous l'avons vu précédemment, pour assurer cette étanchéité, des brides ou des élastiques de fixations sont utilisés pour assurer un meilleur confort respiratoire. L'utilisateur doit ajuster correctement la pièce faciale, car la présence de fuites rend la protection inopérante.

En effet, l'efficacité globale d'un appareil de protection respiratoire ne dépend pas uniquement de l'efficacité du filtre. Elle dépend également de la fuite au visage. En laboratoire, on évalue donc la fuite totale vers l'intérieure :

- Inférieure à **22%** pour un demi-masque FFP1
- Inférieure à **8%** pour un demi-masque FFP2
- Inférieure à **2%** pour un demi-masque FFP3

Le dernier critère évalué est la résistance respiratoire au colmatage. C'est un test d'une heure réalisé à un débit de 95 l/min où l'aérosol sera généré pour atteindre un dépôt en particule de  $833 \text{ mg/m}^3$ . Les résistances respiratoires ne devront pas excéder les valeurs suivantes :

- 300 Pa pour le FFP1
- 400 Pa pour le FFP2
- 500 Pa pour le FFP3

Tableau I.8 - Résistances respiratoires requises pour un demi-masque vierge selon la norme EN149.

Classification	Résistance respiratoire permise (Pa)		
	Inspiration		Expiration
	30 l/min	95 l/min	160 l/min
FFP1	60	210	300
FFP2	70	240	300
FFP3	100	300	300

### I.4.3. Vieillessement

Ces produits de protection étant destinés à l’usage unique, il convient d’avoir des règles drastiques de stockage. Le fait que ces masques soit des filtres de type électrets, il est important que les appareils destinés à être utilisés ne soient pas stockés avec les appareils qui sont destinés à des actions de formation ou qui doivent subir une opération de nettoyage, d’entretien ou de maintenance. Les masques destinés à être utilisés doivent être stockés prêts à l’emploi, dans des armoires ou des boîtiers prévus à cet effet et repérés à l’extérieur, sans y subir de déformation. Ils doivent se trouver à l’abri des salissures, de l’humidité, du rayonnement solaire, de la chaleur et du froid [72].

Ces aspects de stockage des masques ont déjà été étudiés dans la littérature [73] et montrent que sur un stock vieux de plus de 10 ans pour certains masques que 90% de la production est encore valable et que 10% ne répondent plus au critère d’efficacité puisqu’en dessous de la norme. Mais ces 10% présentent néanmoins une efficacité de filtration relativement importante car supérieure à 90%.

### I.4.4. Fonctionnalisation

Il existe à ce jour plusieurs brevets mondiaux relatant le développement de structures fonctionnalisées biocide. C’est le cas d’un brevet de 2007 [74], déposé par Kimberley et Clark proposant une méthode de traitement des nontissés pour les rendre antimicrobiens. Le biocide est déposé sur le produit par enduction ou par foulardage en utilisant des agents liants.

Deux autres brevets attirent beaucoup plus l’attention car sont reliés directement à l’application masques respiratoires. Il s’agit de deux brevets internationaux [75, 76] déposés

respectivement par Mr Arthur Nonomura et la société Glaxo spécialisée dans la production d’EPI. Les brevets stipulent des appareils de protection respiratoire de type FFP2 répondant à la norme en vigueur en termes d’efficacité et de perte de charge. Ces masques sont traités par plusieurs agents antivirus (acides et basiques) et permettent une réduction de l’activité microbienne de 4 lLog (grandeur estimée à partir du rapport entre l’état initial et l’état final du nombre de microorganismes), comme exigée par la plupart des normes.

On peut aussi citer la création d’une société LaamScience [77], joint venture de l’université de Caroline du Nord qui offre des possibilités de traitement antimicrobien sur des surfaces textiles via un agent activé par la lumière.

## I.5. Actualités des nontissés filtrants

D’une manière générale, l’évolution de la performance des médias filtrants va aujourd’hui dans le sens d’une augmentation d’efficacité de filtration et d’une diminution de la perte de charge dans le but d’augmenter leur durée de vie et diminuer les dépenses énergétiques. Dans le cadre des masques respiratoires, la notion de confort au porter est aussi une problématique importante. Les fibres émergentes, les nouveaux procédés de fabrication ou encore les associations de structures permettent de répondre à ces nouvelles problématiques. Notons qu’il est très difficile de fabriquer des fibres ultra-fines (diamètre inférieur à 5  $\mu\text{m}$ ) par voie directe, de même qu’il est très délicat de les mettre en œuvre dans les procédés de fabrication classique.

### I.5.1. Fibres spéciales

Dans le domaine des fibres, certaines fibres multicomposantes permettent d’obtenir des fibres fines à ultra-fines et d’associer les propriétés de polymères [78]. On en distingue deux types, des fibres dites « segmentées » (Figure I.33) avec lesquelles une action mécanique, opérée bien souvent dans la phase de consolidation du voile, viendra dissocier les composants. L’autre type de fibre, dit « îles-en-mer » (Figure I.34) permettra la dissociation de ses composants par action chimique en dissolvant la matrice polymère. Plus le nombre de composants à l’intérieur de la fibre sera important, plus les fibrilles obtenues à la fin du process seront fines. Des fibres à forme de section multilobée font aussi leur apparition en fournissant une fibre avec une grande surface spécifique, comme par exemple la 4DG<sup>®</sup> [79].

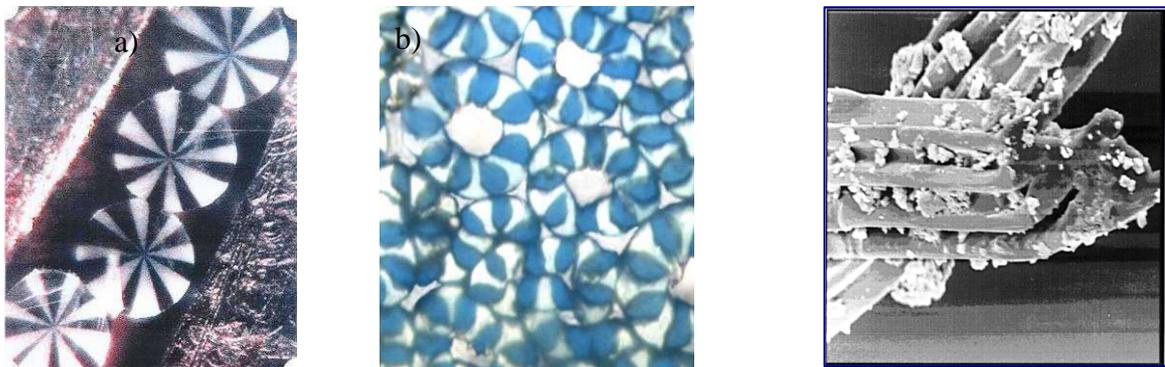


Figure I.33 - Fibres segmentées. a) Fibre à 16 segments. b) Fibre creuse à 16 segments. c) Fibre 4DG © [78]

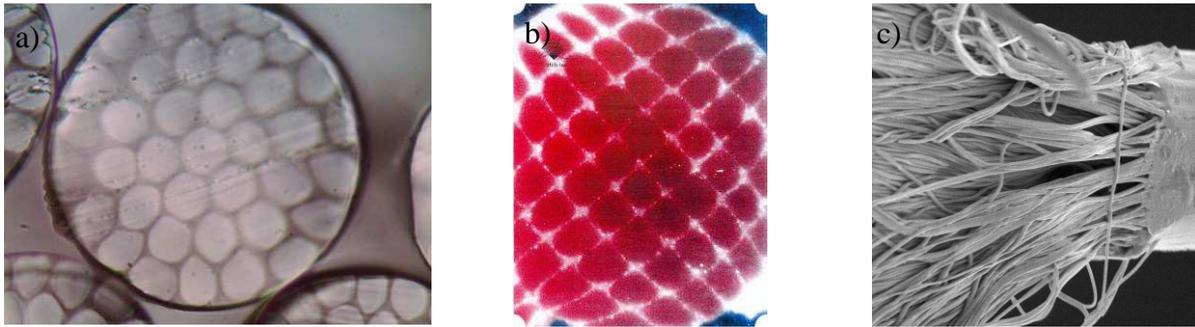


Figure I.34 - Fibres "îles-en-mer". a) 37 îles. b) 64 îles. c) 600 îles. [78]

### I.5.2. Procédés de fabrication de voiles de nanofibres

Dans les procédés dits émergents, on retiendra la technologie electrospinning (Figure I.35). Elle utilise une charge électrostatique pour former des fibres très fines. Cette technologie est née de la combinaison de l'électrospraying et du filage traditionnel

La technologie est réalisée principalement par voie solvant mais elle existe aussi en voie fondue. Le premier brevet date de 1902 [80] et montre donc une technologie plus vieille que les nontissés et qui n'a été exploitée réellement que ces dix dernières années. En effet, devant l'intérêt médiatique de la nanotechnologie, le nombre de publications concernant le développement du procédé mais aussi les applications finales a été multiplié par vingt sur les dix dernières années[81].

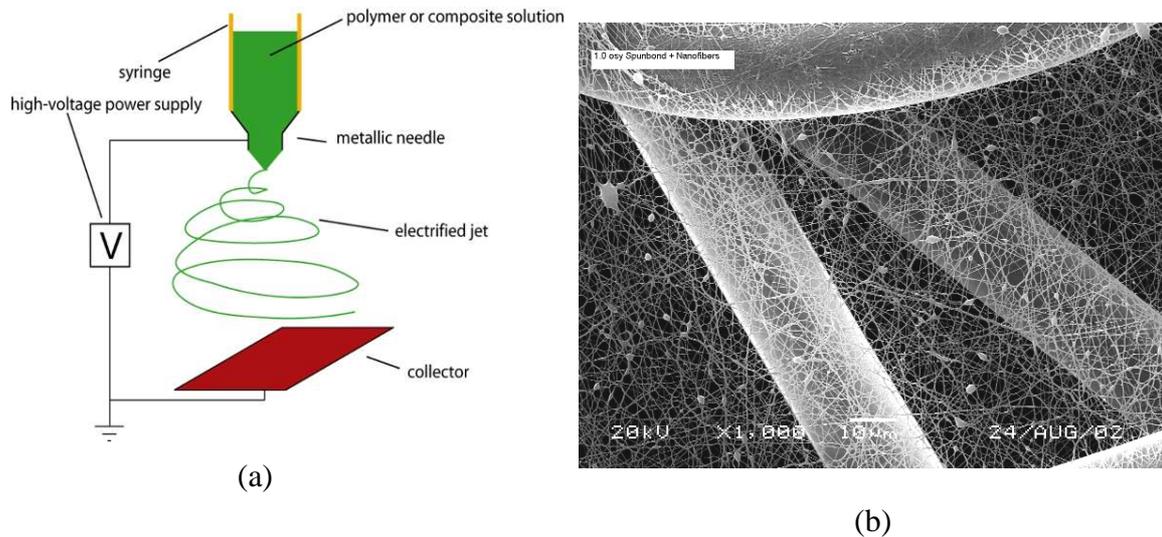


Figure I.35 - Technologie electrospinning. (a) Exemple de procédé electrospinning. (b) Image MEB d'un voile d'electrospinning sur son support. [86]

La Figure I.36 nous montre un schéma du procédé electrospinning. Généralement, trois composants permettent de réaliser une structure avec des nanofibres : un générateur à haute

tension, un tube capillaire (seringue) avec une pipette ou une aiguille avec un très petit diamètre, et un collecteur conducteur. La haute tension est utilisée pour former un jet de polymère en solution ou fondu électriquement chargé au niveau de la pipette. Avant d’atteindre le collecteur, la solution s’évapore ou se solidifie et vient se déposer comme un voile interconnecté de nanofibres [82, 83]. Une électrode est située dans la solution à filer et l’autre au niveau du collecteur. Dans la plupart des cas, le collecteur est relié à la masse comme indiqué dans la Figure I.36.

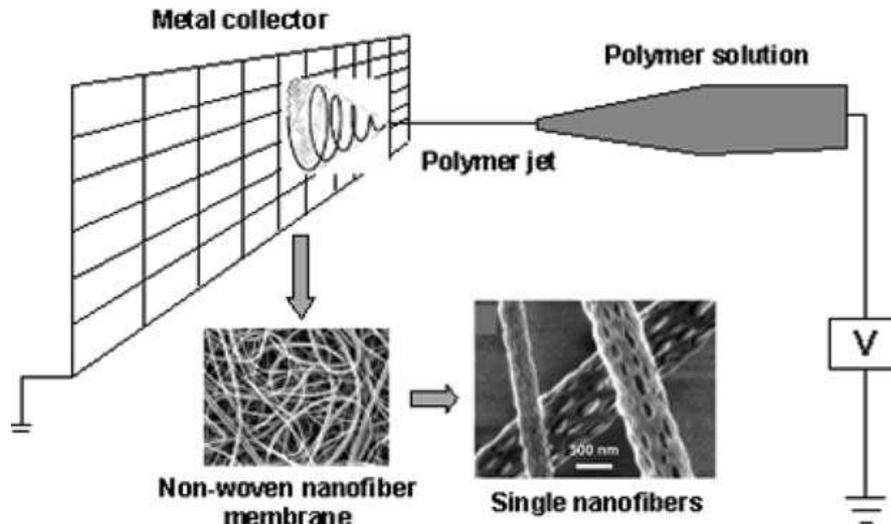


Figure I.36 - Schéma de fabrication de nanofibres par électrospinning [81]

Le champ électrique soumis au niveau du tube capillaire contenant la solution polymère maintient celle-ci par tension de surface. Cela induit une charge à la surface du liquide. La répulsion des charges de même polarité, créées par la tension électrique, conduit à la création d’une force opposée à celle de la tension de surface [84]. L’augmentation de la tension électrique allonge la solution maintenue dans la seringue jusqu’à former un cône connu sous le nom du cône de Taylor [85]. En augmentant encore la tension électrique, une valeur critique est atteinte pour laquelle les forces électrostatiques de répulsion dépassent celles de tension de surface, la solution est alors éjectée de la pointe du cône de Taylor. Le jet de solution de polymère s’allonge de façon instable comme présenté sur la Figure I.36 et s’étire jusqu’à devenir très long et très fin. Le solvant s’évapore laissant un mat de fibres sur le collecteur.

Le résultat est un filament de diamètre compris entre 40 nm et 1  $\mu\text{m}$  et de plus ayant la structure d’un dipôle. Un autre avantage de cette technologie est de travailler à température ambiante. Cependant, même si elle présente des résultats satisfaisants [86], elle trouve peu

d’applications industrielles à cause de son rendement. De plus, elle nécessite un support de dépose.

Le développement des nanofibres notamment par les technologies electrospinning ou electrospraylaying laisse envisager la construction de structures avec entre autres, des tailles de pores plus petites [87].

Dans la littérature, on trouve l’utilisation de plus de cinquante polymères différents qui conduisent à des nanofibres allant de 3 nm à 1 µm de diamètre. La majorité des polymères sont dissous dans un solvant avant le process qui est ensuite introduit dans la seringue. La dissolution et l’electrospinning s’effectuent à température ambiante dans les conditions atmosphériques avec un système de ventilation pour les solvants. La tension électrique varie de 5 à 40 kV.

Dans le Tableau I.9 sont présentés quelques polymères utilisés en electrospinning ainsi que leurs solvants associés et les concentrations utilisées.

*Tableau I.9 - Liste non exhaustive des principaux polymères et de leurs solvants utilisés pour l’electrospinning*

<u>Polymères</u>	<u>Solvants</u>	<u>Concentrations (% en masse)</u>
Polycarbonate (PC) [88]	Diméthyl formamide : tetrahydrofurane	10%
	Dichlorométhane	15%
	Chloroforme	15%
Polyacrylonitrile (PAN) [89]	Diméthyl formamide	15%
Alcool polyvinylique (PVA) [90]	Eau distillée	8 – 16%
Polyuréthane (PU) [88]	Diméthyl formamide	10%
Polyamide 6 (PA6) [91]	Diméthylacétamide	8%
Polyamide 6-6 (PA66) [88]	Acide formique	10%

### **I.5.2.1. Paramètres procédés influençant la structure**

Plusieurs paramètres peuvent influencer la fabrication des filaments de nanofibres lors de la fabrication, notamment : a) la concentration de polymère dans le solvant, b) la tension

électrique, c) la distance entre la pointe et le collecteur, d) la vitesse de rotation du collecteur et e) le temps de dépôt.

Concentration de polymère dans le solvant :

Tous les auteurs confirment qu’augmenter le pourcentage en masse de polymère dans son solvant augmente le diamètre des fibres [92, 93, 94, 95, 96]. Cependant si l’on ne met pas assez de polymère, on forme des gouttelettes et la structure devient moins homogène et les distributions de diamètre de fibres sont mauvaises [96] comme présentées sur la Figure I.37.

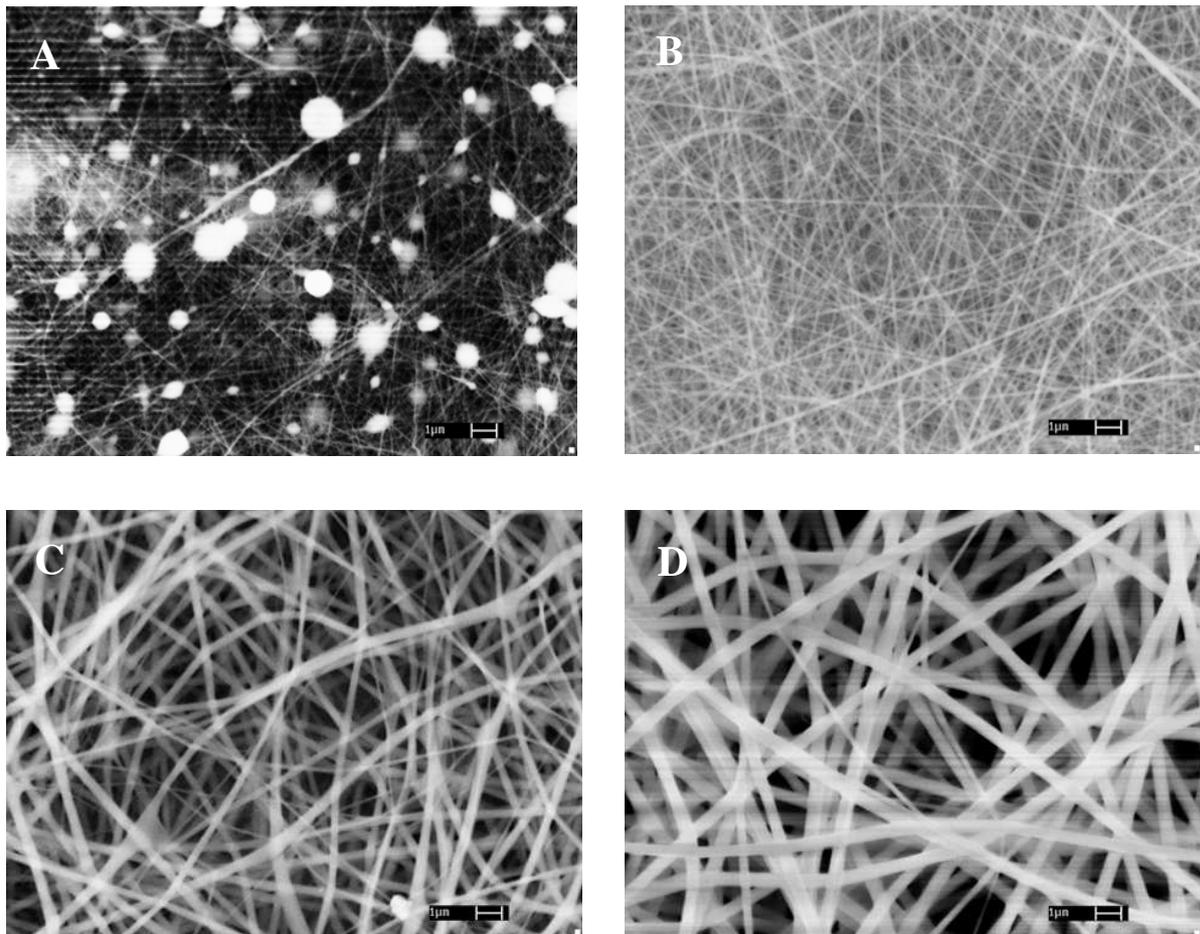


Figure I.37 - Images MEB de fibres PA6 avec des solutions de (a) 15%, (b) 20%, (c) 25% et (d) 30% [96]

Tension électrique :

La distribution du diamètre des fibres varie en fonction de la variation du champ électrique. En effet, plus le champ électrique sera élevé, plus les fibres seront fines, on diminue aussi la formation des gouttelettes et on augmente la productivité [94].

Vitesse de rotation du collecteur :

Augmenter la vitesse de rotation du collecteur augmente la compacité du voile et oriente les fibres dans le sens de rotation [94].

Distance collecteur/cône de Taylor :

Dans plusieurs articles, varier la distance entre le collecteur et le cône n’a pas influé sur les caractéristiques structurelles du non tissé [94, 96]. Cependant, Y.C. Ahn et al. semblent démontrer qu’en diminuant la distance, on augmente la puissance du champ électrique et donc on diminue le diamètre des fibres [95].

Temps de dépôt :

Augmenter le temps de dépôt sur le collecteur augmente l’épaisseur du voile (ce qui semble logique) [92].

Dans le *Tableau I.10* sont résumées les influences entre les paramètres du procédé de fabrication electrospinning et les caractéristiques structurelles des voiles obtenus.

*Tableau I.10 - Résumé des influences process/caractéristiques structurelles lors de l’electrospinning*

	↑ Tension Electrique	↑ Distance Collecteur	↑ % P dans solvant	↑ Vitesse Collecteur	↑ Temps de dépôt
Epaisseur	-	-	-	↓	↑
Grammage	-	-	-	↓	↑
Ø fibres	↓	↑	↑	-	-
Productivité	↑	-	-	-	-
Orientation fibres	-	-	-	↑	-

De nombreux paramètres jouent sur le diamètre des fibres, on retiendra qu’il est possible de jouer sur l’orientation des fibres avec la vitesse du collecteur. Cependant, le grammage et de l’épaisseur sont contrôlés par le temps de dépôt et la vitesse du collecteur.

### **I.5.2.2. Utilisation en filtration de l’air**

La principale propriété découlant de l’electrospinning est la diminution du diamètre des fibres afin d’obtenir plus de surface d’échange tout en gardant une compacité beaucoup plus faible que des produits avec des fibres plus grosses et donc une meilleure perméabilité.

Il est difficile de rester objectif face à tous les résultats présentés dans les différents articles. En effet certains nous montrent que l’efficacité de filtration est identique à un filtre HEPA (>99,9% @ 0.3µm) mais avec une meilleure perméabilité [92, 96] et le facteur de qualité est quant à lui meilleur que des produits traditionnels en fibre de verre pour des tailles de particules supérieures à 100 nm. [97, 98].

Cependant d’autres articles contredisent ces résultats, l’efficacité est bien supérieure à celle de filtres HEPA, mais la perte de charge est aussi plus élevée [93, 95].

D’après Li et al. [96] il semble que pour des faibles masses surfaciques de voile d’electrospinning et des fibres inférieures à 250 nm, les propriétés de filtration sont améliorées.

D’autres résultats confirment les tendances que nous avons déjà remarquées avec des microfibres à savoir que plus la compacité est élevée, meilleure sera la filtration au dépens de la perméabilité à l’air. Il en sera de même pour la masse surfacique, l’épaisseur et le diamètre des fibres.

Le principal inconvénient du voile d’electrospinning est sa tenue mécanique, il arrive parfois lors des tests de filtration que l’inertie ou la nature chimique des aérosols crée des brèches dans le voile [99].

Le fait d’utiliser de fortes tensions électriques, des résidus de charges peuvent s’incorporer aux polymères les plus isolants. Ces effets ont été mis en évidence par Heikkilä et al. qui ont utilisé de l’isopropanol pour décharger les voiles et comparer avant et après décharge. Ils ont noté une perte de 15% d’efficacité [99].

Pour résumer cet état de l’art, l’electrospinning est majoritairement un procédé par voie solvant permettant d’obtenir un voile de filaments de diamètre inférieur à 1 µm. Beaucoup de polymères sont disponibles et la mise en œuvre n’est possible que dans l’optimisation de différents paramètres process comme la dissolution du polymère, la tension électrique...

Leur intérêt en filtration ne fait aucun doute, cependant devant les différents articles cités nous devons nous faire une opinion de la technologie et vérifier par la même occasion la présence de charges électrostatiques.

### **I.5.3. Combinaisons de structures**

La combinaison de procédés permet de créer des structures multi-couches (ou nontissés composite) qui combinent les avantages de chacune de ces couches.

L’assemblage de ces structures est conventionnellement réalisé par laminage à chaud avec un voile de fibres à bas point de fusion, par calandrage, adhésion avec liant chimique, etc...

Par exemple, les masques de filtration de type FFP2-FFP3 sont des combinaisons de structures de type SMS (Spunbond/Meltblown/Spunbond). Ces médias allient la résistance du voile Spunbond à l’efficacité de filtration du voile Meltblown. De multiples combinaisons de structures sont donc envisageables : (Cardés + Meltblown + Cardé) hydrolié, (Meltblown + Cardé) thermolié, (Airlaid + Spunbond) hydrolié, etc... L’assemblage de ces structures peut se réaliser par laminage à chaud avec hotmelt, calandrage, adhésion avec liant chimique, aiguilletage, hydroliage, etc. [100, 101, 102, 103, 104].

Un autre principe de combinaison de structures nontissées émergent se réalise par association de techniques de formation de voiles (nommé co-forming en anglais) avant consolidation/assemblage de l’ensemble. Chacune des couches n’est volontairement pas consolidée avant assemblage réalisé soit par aiguilletage, par hydroliage ou encore par fusion locale de la matière. Il s’agit de produire avec un procédé de fabrication plus compact une structure fibreuse afin d’assurer une continuité entre les couches (aucun matériau intermédiaire) du produit et donc d’éviter tout colmatage ou poche d’air, rigidification de la structure, tout en allégeant le produit final, etc. Par exemple, un procédé développé par la société Irema [105], permet d’obtenir un meltblown avec un mélange de finesse de fibre simplement par l’inclinaison à 45° des deux buses qui forment les filaments du voile.

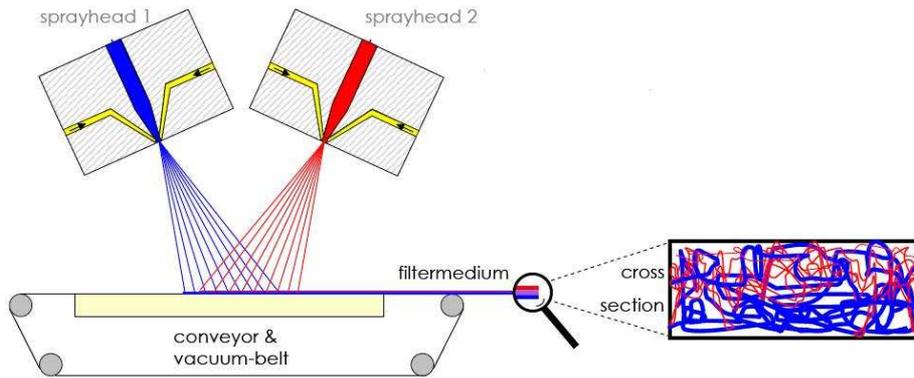


Figure I.38 - Association de deux structures fibreuses par procédé meltblown. Société Irema [105]

On trouve aussi des produits à gradient de porosité [106, 107], notamment pour les technologies spunbond, airlaid et nappage aérodynamique. Ces structures offrent une meilleure capacité de filtration des particules pour une perte de charge moindre et donc une durée de vie du produit plus grande (Figure I.39). On les utilise de plus en plus dans l’automobile en remplacement des anciens filtres à particules. On les utilise également dans la filtration des huiles en suspension dans l’air par coalescence.

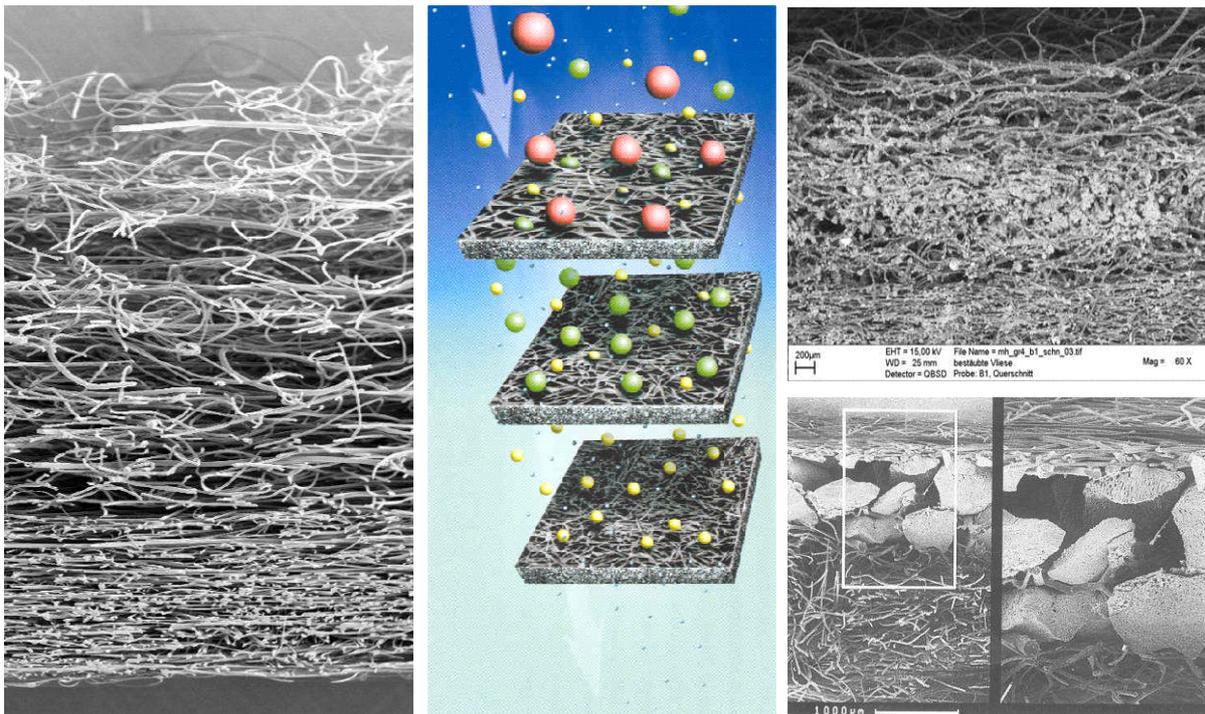


Figure I.39 - Nontissés filtrants à gradient de porosité

## I.5.4. Fabrication des nontissés par voie sèche et hydroliaje

### I.5.4.1. Fabrication du voile par voie sèche

Le procédé de fabrication des nontissés dit par voie sèche (Figure I.40) concerne l’utilisation de la technologie de cardage pour la formation du voile de fibres. Par principe, c’est une opération de formation mécanique d’un voile de fibres, sans utilisation ni de l’eau (voie humide), ni de l’air (voie aérodynamique) pour le transport de la matière. Issu de la voie textile, on retrouve les mêmes machines de base (système de cardage) que pour le procédé de filature (fabrication d’un filé de fibres) qui ont évolué pour le nontissé. Les cardes nettoient, séparent et parallélisent les fibres. Les fibres y sont orientées de façon préférentielle selon le sens machine (MD). Pour rendre les voiles plus isotropes, il convient d’utiliser des brouilleurs ou condenseurs.

Ce procédé permet non seulement l’utilisation d’une large gamme de fibres, comme les fibres naturelles, artificielles ou synthétiques (longueur 30 à 150 mm), mais aussi de réaliser facilement des mélanges de fibres (Ex : fibre de PET mélangé avec une fibre bicomposante à bas point de fusion). Ce procédé nous permettra notamment d’utiliser des fibres bicomposantes segmentées ou « îles-mer » afin d’atteindre des finesses de fibres de l’ordre du micron.

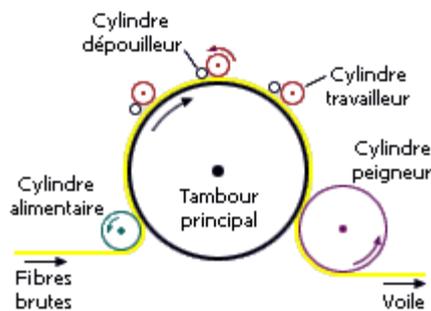


Figure I.40 – Exemple de cardage. Source CERIG.

### I.5.4.2. Consolidation par hydroliaje

La consolidation par hydroliaje donne un produit globalement plus souple et plus compact que l’aiguilletage et également plus résistant avec moins de déformation possible. Le liage se fait à l’aide de jets d’eau très fins et à haute pression qui reproduisent le rôle des aiguilles lors

de l’opération d’aiguilletage, i.e. qu’elles transportent les fibres de la surface vers l’intérieur de la structure du nontissé afin de provoquer un enchevêtrement de ces fibres. (Figure I.41)

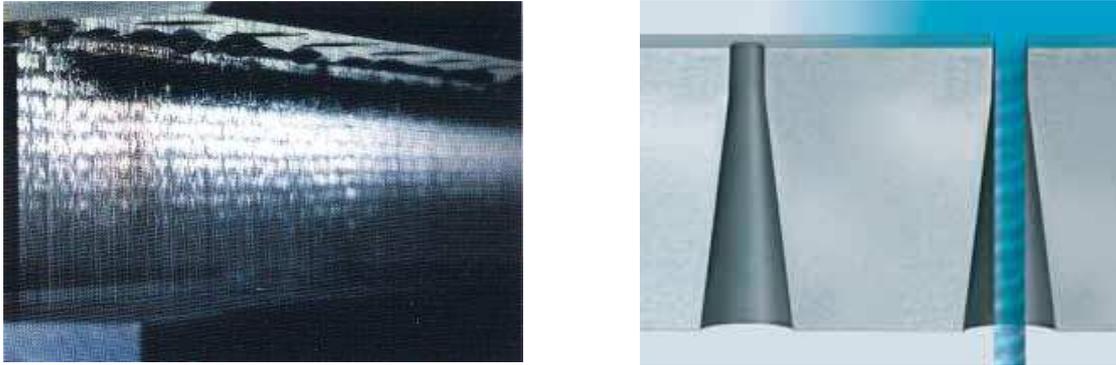


Figure I.41 - Consolidation par hydroliage.

Des injecteurs (un ou plusieurs sur une même ligne) sur lesquels on règle la pression de l’eau font circuler le fluide au travers d’une lame (strip) percée de trous (ou buses) sur une ou plusieurs rangées. Celle-ci est composée d’une densité de trous plus ou moins élevées. Ces trous ont un usinage spécial sur l’épaisseur de la lame qui leur donne des propriétés similaires à un cône de venturi permettant d’obtenir des vitesses de fluides plus élevée. (Figure I.42)

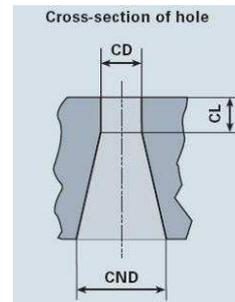


Figure I.42 - Exemples de lames (a) et géométries (b) des trous utilisés. Source ENKA.

Cette technologie, plus récente que l’aiguilletage, est très utilisée dans des domaines d’application variés comme : l’hygiène, le médical, les cuirs synthétiques, l’essuyage, le génie civil. La filtration est ici un secteur d’application émergeant.

Les paramètres d’hydroliage que l’on retrouve dans la littérature et qui influenceront la structure finale et l’application voulue seront :

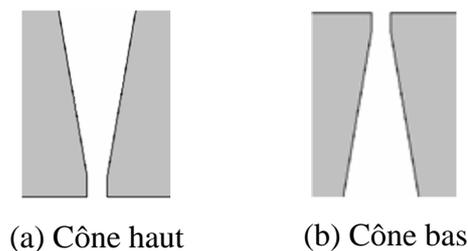
- Pression des jets d’eau
- Orientation des buses
- Densité et nombre de rangée de buses

Pression des jets d’eau :

La pression utilisée pour produire les nontissés varie de 50 à 200 bars. L’effet de la pression des jets d’eau intervient notamment dans le diamètre moyen des fibres (taux d’éclatement).

#### Orientation des buses :

L’orientation des buses permet de jouer sur leur géométrie, avec le cône orienté soit vers le haut soit vers le bas (*Figure I.43*). Le diamètre mesuré est de 0,128 mm pour les lames de 1 rangée et l’épaisseur de 1 mm. Pour les lames de deux rangées, le cône fait un diamètre de 0,1 mm pour la première rangée et 0,15 mm pour la deuxième rangée.



*Figure I.43 - Orientations des lames utilisées*

L’énergie délivrée au voile dépend des jets d’eau passant au travers de la buse, il paraît donc normal que la géométrie du cône joue un rôle essentiel dans le process. Le paramètre le plus important lors du procédé d’hydroliage est la capacité du jet d’eau à maintenir son énergie cinétique. En effet, il est bien connu qu’à partir d’une certaine distance de la buse, il y a rupture du jet d’eau qui se vaporise. Dans cet état, il perd son énergie cinétique et n’a plus d’utilité en hydroliage [108].

Plusieurs auteurs (Tafreshi et al., Ghassemieh et al., Pourdeyhimi et al., Begenir et al.), [109, 110, 111, 112] ont étudié l’effet de cette géométrie sous différentes pressions et angles de cônes. Ils ont montré que les configurations avec le cône vers le haut produisent un jet d’eau avec une faible longueur de conservation d’énergie et un angle très ouvert lors de la vaporisation, comparé aux configurations avec le cône vers le bas. Le coefficient de décharge (corrige l’erreur due à la perte de charge introduite dans les buses des injecteurs et dépend de la géométrie de la buse et du nombre de Reynolds) sont différents selon les configurations, 0,62 pour le cône vers le bas et 0,92 pour le cône vers le haut [109]. Cela est dû à un phénomène de constriction du jet dans le cas du cône vers le bas.

En étudiant la longueur de rupture du jet, Begenir et al. [112] ont montré l’influence de la géométrie des buses sur l’énergie délivrée par les jets d’eau. La Figure I.44 montre les expériences de Begenir et al. sur la mesure de cette longueur de rupture et de l’angle formé lors de la vaporisation du jet à l’aide d’un appareil-photo et d’une lumière uniforme.

Ses travaux démontrent qu’à partir de 140 bars dans la configuration où le cône est vers le haut, les jets d’eau se vaporisent très près de l’injecteur, et en conséquence, le nontissé ne reçoit pas toute l’énergie cinétique. En comparaison à la configuration des cônes vers le bas, la longueur de rupture du jet est d’au moins 10 cm. Dans notre cas, le voile pré-consolidé est à 2 cm des injecteurs et donc dans le cas où nous orienterons les cônes de buses vers le haut, nous risquons de ne pas délivrer toute l’énergie cinétique pour des essais entre 150 et 200 bars.

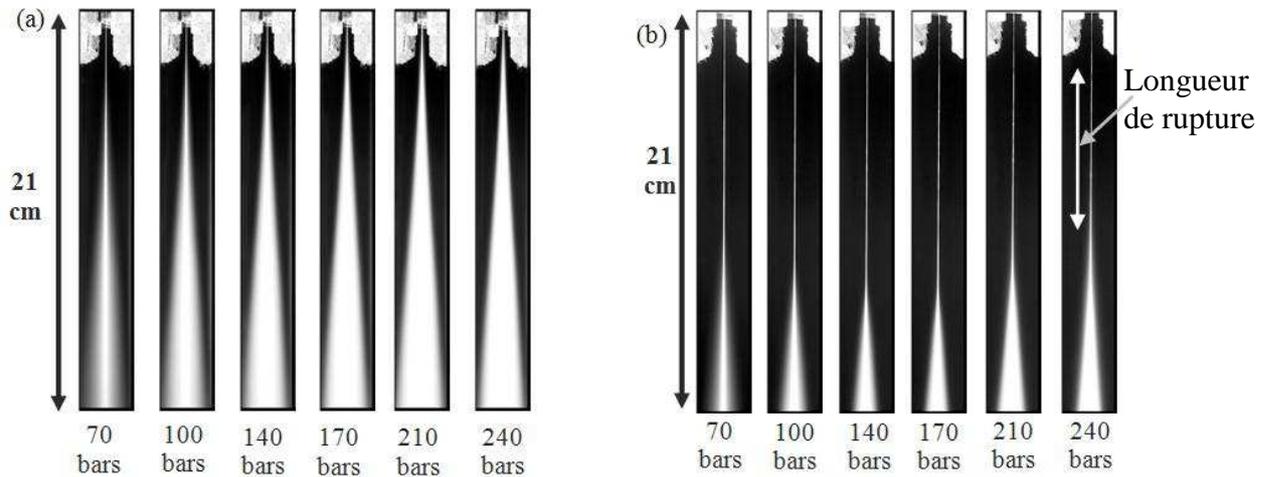
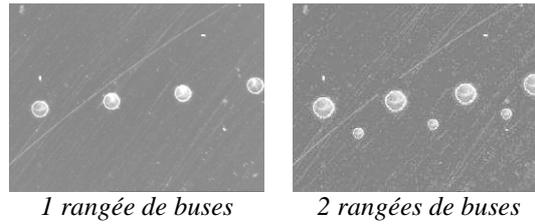


Figure I.44 - Expérimentations de Begenir sur la longueur de rupture à différentes pressions.  
 a) Cônes vers le haut. b) Cônes vers le bas.

Densité des jets d’eau :

Il est possible d’avoir plusieurs rangées de buses sur une lame. Couramment on peut trouver une ou deux rangées de buses mais il en existe aussi avec trois rangées. Le nombre des jets variera de 40 à 60 par pouce en fonction du nombre de rangée par lame. Pour la lame à deux rangées, les buses sont organisées en quinconce avec deux diamètres de trous différents (généralement de 0,1 et 0,15 mm) et pour celle à une rangée, les trous ont un diamètre d’environ 0,128  $\mu\text{m}$ .



*Figure I.45 - Lames avec une ou deux rangées de buses*

Les caractéristiques des fibres (finesse, hydrophilie, longueur, souplesse...) et de la structure fibreuse (masse surfacique, densité de fibres, pré-enchevêtrement des fibres...) vont également influencer le résultat.

La consolidation par hydroliage nous sera utile dans le segmentage des fibres bicomposantes mais aussi dans l’assemblage de nontissés composites.

### **I.5.5. Post-procédés**

L’utilisation de post-procédés tels que le traitement plasma ou l’enduction permettent aussi d’améliorer les propriétés des filtres. La société Nanogate fournit un traitement électrostatique en voie solvant qui augmente l’efficacité sans changer la perte de charge et qui ne se décharge pas en présence de certains solvants comme l’isopropanol [113]. Des recherches sont effectuées dans la fonctionnalisation des surfaces filtrantes par plasma atmosphérique [114] afin d’ajouter des propriétés supplémentaires aux filtres.

## I.6. Conclusion

La filtration de l’air est avant tout un compromis entre les propriétés d’efficacité de filtration et perte de charge (ou perméabilité à l’air). Les nontissés filtrants représentent aujourd’hui la technologie la plus utilisée pour filtrer les particules de taille sub-microniques (entre 0,1 et 1 $\mu$ m).

La capture des particules n’est pas le simple fait d’un blocage par la taille des pores mais la somme de plusieurs mécanismes physico-chimiques liés à la fibre, aux particules, à la structure du nontissé, et à l’écoulement des fluides. La majeure partie de la littérature se penche donc sur l’expression de l’efficacité et de la perte de charge à partir de ces paramètres.

Peu de travaux s’intéressent au développement de structures fibreuses et sur le contrôle de ces structures pour identifier d’autres paramètres non-exploités par la théorie (morphologie des fibres, paramètres de fabrication, orientation des fibres etc.). Pourtant ces paramètres influent sur les propriétés de filtration.

Le cas spécifique du masque respiratoire représente pour nous le meilleur exemple de ce que l’on recherche en filtration : une perte de charge très faible (<400 Pa à plat) avec une efficacité de filtration supérieure à 94%. La fabrication de ces masques révèle l’utilisation de post-traitements comme les charges électrostatiques qui viennent améliorer l’efficacité de filtration sans modifier la structure et donc la perte de charge.

Le procédé de cardage permet l’utilisation d’une très large gamme de fibres et offre la possibilité de mélanger différentes fibres pour combiner des propriétés apportées par ces fibres. La consolidation par hydroliage, qui connaît un fort développement depuis ces dix dernières années, apporte des propriétés recherchées en filtration (plus de compacité et de souplesse) mais aussi la possibilité d’utiliser des fibres spéciales. Nous orientons donc le développement de nos structures par la combinaison de ces deux procédés. La technologie electrospinning sera aussi abordée lors de notre étude car une littérature très dense depuis ces dernières années montre un intérêt tout particulier pour cette technologie.

## Références Bibliographiques

- 
- [1] R.C. Brown, *Air filtration* – (1993), Pergamon press, London, UK.
- [2] A. Renoux D. Boulaud, *Les aérosols – Physique et métrologie, Editions Lavoisier Technique et Documentation* – (1998), Paris, 301p.
- [3] C. Byrne, *An overview of world markets for textile filtration media* – (1998), Filtration & Separation, 916 – 918.
- [4] EDANA, *Facts and figures*, Accessed on the web: <http://www.edana.org/objects/4/images/GraphB.gif>
- [5] E.C. Gregor, *Primer on nonwoven fabric filtration media* – (2003), Edward C. Gregor & Associates, LLC, Charlotte.
- [6] NF EN ISO 9092, *Textiles. Nontissés. Définition.* – (1988), AFNOR.
- [7] DIN EN 29092, *Textiles – Nonwovens – Definition* – (1992), AFNOR.
- [8] INDA – Association of the Nonwoven Fabrics Industry, Accessed on the web: <http://www.inda.org>
- [9] EDANA, Applications, Accessed on the web: <http://www.edana.org/>
- [10] NF EN 779, *Filtres à air de ventilation générale pour l'élimination des particules – Détermination des performances de filtration* – (2003), AFNOR.
- [11] NF EN 1822, *Filtres à air à très haute efficacité et filtres à air à très faible pénétration (HEPA et ULPA)* – (1998), AFNOR.
- [12] NF EN 149, *Appareils de protection respiratoire – Demi-masques filtrants contre les particules – Exigences, essais, marquage* – (2001), AFNOR.
- [13] J. Payen, P. Vroman, M. Lewandowski, A. Perwuelz, *Médias fibreux nontissés pour la filtration des aérosols : Techniques de fabrication, caractérisation et performances* – (2007), Congrès 1ères Journées Filtration des Aérosols, Nancy.
- [14] Lydall Filtration an Separation, *Submicron Filtration Media* – (2005), INJ Fall, Rochester, NH.
- [15] Groz Beckert, *Aiguilles à feutrer et à structurer* – (2005), Groz Beckert France, Paris.
- [16] T. Frising, *Etude de la filtration des aérosols liquides et de mélanges d'aérosols liquides et solides* – (2004), Thèse présentée à l'INPI, Université de Nancy, France.
- [17] H. Darcy, *Les fontaines publiques de la ville de Dijon*, Dalmon, Paris. 647 p. & atlas, Appendice – Note D, Détermination des lois d'écoulement de l'eau à travers le sable.

- [18] G.W. Jackson, D.F. James, *The permeability of fibrous porous media* – (1986), The Canadian Journal of Chemical Engineering, 64: 317 – 330.
- [19] S. Jaganathan, H. Vahedi Tafreshi, B. Pourdeyhimi, *One the pressure drop prediction of filter media composed of fibers with bimodal diameter distributions* – (2008), Powder Technology, 181: 89 – 95.
- [20] D. Thomas, P. Penicot, P. Contal, D. Leclerc, J. Vendel, *Clogging of fibrous filters by solid aerosol particles: Experimental and modelling study* – (2001), Chemical Engineering Science, 56: 3549 – 3561.
- [21] P.K. Herman, M.J. Lehmann, Y.K. Velu, *Predicting initial presure drop of fibrous filter media, Typical models and recent improvements* – (2006), Journal of Textile and Apparel. Technology and Management, Vol. 5, Issue 2.
- [22] T. Frising, D. Thomas, P. Contal, D. Bémer, D. Leclerc, *Influence of filter fibre size distribution on filter efficiency calculations* – (2003), Institution of Chemical Engineers, Vol. 81, Part A.
- [23] K.W. Lee, B.Y.H. Liu, *Theoretical study aerosol filtration by fibrous filters* – (1982), Aerosol Science and Technology, 1: 147 – 161.
- [24] K.W. Lee, B.Y.H. Liu, *Experimental study of aerosol filtration by fibrous filters* – (1982), Aerosol Science and Technology, 1: 35 – 46.
- [25] C.N. Davies, *Filtration of aerosols* – (1982), Journal of Aerosol Science, 14: 147 – 161.
- [26] P. Pénicot, *Etude de la performance de filtres à fibres lors de la filtration d’aérosols liquides ou solides submicroniques* – (1998), Thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy.
- [27] E. Guyon, J.P. Hulin, L. Petit, *Hydrodynamique Physique* – (2001), CNRS Editions, EDP Science.
- [28] S. Kuwabara, *The forces experienced by randomly distributed parallel circular cylinders or spheres in a viscous flow at small Reynolds numbers* – (1959), Journal of the Physical Society of Japan, 14: 527 – 532.
- [29] P.C. Raynor, D. Leith, *The influence of accumulated liquid on fibrous filter performance* – (2000), Journal of Aerosol Science, 31: 19 – 34.
- [30] Y. Zhang, *Indoor Air Quality Safety Engineering* – (2004), Environmental and Occupational Health and Safety, CRC Press, ISBN : 1-5667-0674-2.
- [31] D. Thomas, *Filtration des aérosols de la fibre au filtre* – (2003), 19<sup>ème</sup> congrès Français sur les Aérosols, 100 – 110, Paris.
- [32] D. Bémer, R. Régnier, S. Callé, D. Thomas, X. Simon, J.C. Appert-Collin, *Filtration des aérosols – Performances des médias filtrants* – (2006), INRS – Hygiène et sécurité du travail, ND 2241 – 202 – 06.

- [33] G.E.R. Lamb, P.A. Costanza, *Influences of fiber geometry on the performance of nonwoven air filters : Part II : Fiber Diameter and Crimp Frequency* – (1979), Textile Research Journal, 49, 79.
- [34] M. S. Atwal, *Factors affecting the air resistance of nonwoven needle-punched fabrics* – (1987), Textile Research Journal, 57, 574.
- [35] G.E.R. Lamb, P.A. Costanza, B. Miller, *Influences of fiber geometry on the performance of nonwoven air filters* – (1975), Textile Research Journal, 45, 452.
- [36] K.M. Yun, C.J. Hogan Jr, Y. Matsubayashi, M. Kawabe, F. Iskandar, K. Okuyama, *Nanoparticle filtration by electrospun polymer fibers* – (2007), Chemical Engineering Science, 62, 4751 – 4759.
- [37] L. Li, M. W. Frey, T. B. Green, *Modification of Air filter media with nylon-6 nanofibers* – (2006), Journal of Engineered Fibers and Fabrics, Vol. 1, 1.
- [38] J. Wang, S. C. Kim, D. Y. H. Pui, *Investigation of the figure of merit for filters with a single nanofiber layer on a substrate* – (2008), Journal of Aerosol Science, 39, 323 – 334.
- [39] A. Podgorski, A. Balazy, L. Gradon, *Application of nanofibers to improve the filtration efficiency of the most penetrating aerosol particles in fibrous filters* – (2006), Chemical Engineering Science, 61, 6804 – 6815.
- [40] X. Thibault, J. F. Bloch, *Permeability Measurements of strained fibrous network* – (2008) Textile Research Journal, 78, 473 – 485.
- [41] R. Bharadwaj, A. Patel, S. Chokdepanich, Ph.D., G.G. Chase, *Oriented fiber filter media* – (2008), Journal of Engineered Fibers and Fabrics, Special Issue 2008 – Filtration.
- [42] G. G. Chase, V. Beniwal, C. Venkataraman – (2000), *Measurement of uni-axial fiber angle in non-woven fibrous media*, Chemical Engineering Science, vol. 55, pp. 2151-2160.
- [43] G. E. R. Lamb, P. A. Costanza, *Influences of fiber geometry on the performance of nonwoven air filters : Part III Cross-sectional shape* – (1980), Textile Research Journal, 50, 362.
- [44] I. Krucinska, *The influence of technological parameters on the filtration efficiency of electret needled non-woven fabrics* – (2002), Journal of Electrostatics, 56, 143 – 153.
- [45] L. Boskovic, I.E. Agranovski, I.S. Altman, R.D. Braddock, *Filter efficiency as a function of nanoparticle velocity and shape* – (2005), Aerosol Science, Vol. 39, pp. 635 – 644.
- [46] S.H. Huang, C.W. Chen, C.P. Chang, C.Y. Lai, C.C. Chen, *Penetration of 4.5 nm to 10  $\mu$ m aerosol particles through fibrous filters* – (2007), Aerosol Science, 38, 719 – 727.
- [47] M. Ellenbecker, M.J. Leith et J.M. Price, *Impaction and particle bounce at high Stokes numbers* – (1980), Journal of the Air Pollution Control Association, Vol. 30, pp. 1224 – 1227.
- [48] L. W. Barrett, A. D. Rousseau, *Aerosol loading performance of electret filter media* – (1998), American Industrial Hygiene Association Journal, 59, 532 – 539.

- [49] W. E. Deeds, N. J. Kinden, *Charging method for meltblown webs* – (1993), United States Patent, Patent number : 5,24,297.
- [50] A. Mohan, *Effect of organic solvent exposure on electret filtration* – (2005), Thesis North Carolinate State University, USA.
- [51] P.A. Smith, G.C. East, R.C. Brown, D. Wake, *Generation of triboelectric charge in textile fibre mixtures, and their use as air filters* – (1988), Journal of electrostatics, 21, 81 – 98.
- [52] R. Boichot, *Filtration des particules issues des moteurs Diesel par matrices fibreuses plongées dans un champ électrique* – (2005), Thèse soutenue à l’Université de Savoie.
- [53] F. Leroux, *Etude des traitements par plasma à pression atmosphérique – Application à l’industrie textile* – (2007), Thèse soutenue à l’Université de Valenciennes.
- [54] NF X44-001, *Séparateur Aérauliques – Vocabulaire* – (1981), AFNOR.
- [55] E. Mitscherlich, E.H. Marth, *Microbial survival in the environment* – (1984), Berlin: Springer-Verlag.
- [56] R. Maus, A. Goppelsröder, H. Umhauer, *Survival of bacterial and mold spores in air filter media* – (2001), 35: 105 – 113.
- [57] W.J. Kowalski, W. Bahnfleth, *Airborne respiratory diseases and mechanical systems for control of microbes* – (1998), HPAC, 34 – 48.
- [58] J.Y. Rault, *La filtration de l’air* – (1991), Les éditions parisiennes.
- [59] G. Mouret, *Où est la frontière entre adsorption et filtration ?* – (2008), Thèse soutenue à l’INPL, Nancy.
- [60] P. Contal, J. Simao, D. Thomas, T. Frising, S. Callé, J.C. Appert-Collin, D. Bémer, *Clogging of fibre filters by submicron droplets. Phenomena and influence of operating conditions* – (2004), Journal of Aerosol Science, 35, 263 – 278.
- [61] D. Thomas, P. Penicot, P. Contal, D. Leclerc, J. Vendel, *Clogging of fibrous filters by solid aerosols particles. Experimental and modelling study* – (2001), Chemical Engineering Science, 3549 – 3561.
- [62] P.C. Raynor, D. Leith, *The influence of accumulated liquid on fibrous filter performance* – (2000), Journal of Aerosol Science, 31, 19 – 34.
- [63] A. Charvet, Y. Gonthier, A. Bernis, E. Gonze, *Filtration of liquid aerosols with a horizontal fibrous filter* – (2008), Chemical Engineering Research and Design, Vol. 86, pp. 569 – 576.
- [64] J. Kim, *Investigation on charge deterioration of electrically charged filter media using electric force microscopy* – (2005), Master Thesis, NCSU, USA.

- [65] D.C. Walsh, J.I.T. Stenhouse, *The effect of particle size, charge and composition on the loading characteristics of an electrically active fibrous filter material* – (1997), *Journal of Aerosol Science*, 28, 307 – 321.
- [66] D.C. Walsh, J.I.T. Stenhouse, *Parameters affecting the loading behavior and degradation of electrically active filter materials* – (1998), *Aerosol Science and Technology*, 29, 419 – 432.
- [67] A. Balazy, M. Toivola, A. Adhikari, S.K. Sivasubramani, T. Reponen, S.A. Grinshpun, *Do N95 respirators provide 95% protection level against airborne viruses, and how adequate are surgical masks* – (2006), *AJIC*, Vol. 34, No. 2.
- [68] H. Shen, K.K. Leonas, *Study of layering order on filtration ability of surgical face masks* – (2006), *Journal of Textile and Apparel Technology and Management*, Vol. 5, Issue 3.
- [69] W.E. Deeds, *Charging method for meltblown webs* – (1993), *United States Patent*, N°5,254,297.
- [70] P.P. Tsai, G. Qin, C. Hasseboehler, *Comparison of electrostatic charging at different locations in the meltblown process* – (2000), *INJ Fall*, Vol. 9, n°3.
- [71] NF EN ISO 149, *Appareils de protection respiratoire – Demi-masques filtrants contre les particules – Exigences, essais, marquage* – (2001), AFNOR.
- [72] *Les appareils de protection respiratoire, Choix et Utilisation* – (1998), INRS, ED780.
- [73] D.J. Viscusi, M. Bergman, E. Sinkule, R.E. Shaffer, *Evaluation of the filtration performance of 21 N95 filtering face piece respirators after prolonged storage* – (2009), *AJIC*, In Press.
- [74] Kimberley & Clark, *Antimicrobial treatment of nonwoven materials for infection control* – (2007), *International Patent*, WO 2007/027858.
- [75] A. Nonomura, *Virucidal/Germicidal Mask* – (2007), *International Patent*, WO 2007/120509.
- [76] Glaxo Group Limited, *Anti-viral face mask and filter material* – (2008), *International Patent*, WO 2008/009651.
- [77] <http://www.laamscience.com/>, Accédé en Mai 2008.
- [78] <http://www.hillsinc.net/Fibers.shtml>, Accédé en Octobre 2007.
- [79] <http://www.fitfibers.com/publications.htm>, Accédé en Octobre 2007.
- [80] J.F. Cooley, *Apparatus for electrically dispersing fluids* – (1902), *U.S. Patent* N° 692,631.
- [81] Z.M. Huang, Y.Y. Zhang, M. Kotari, S. Ramakrishna, *A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites* – (2003), *Composites Science and Technology*, Vol. 63, pp. 2223 – 2253.

- [82] J.M. Deitzel, J. Kleinmeyer, J.K. Hirvonen, T.N.C. Beck, *Controlled deposition of electrospun poly(ethylene oxide) fibers* – (2001), *Polymer*, Vol. 42, pp. 1025 – 1029.
- [83] H. Fong, D.H. Reneker, *Electrospinning and formation of nanofibers* – (2001), *Structure formation in polymeric fibers*, Munich : Hanser, pp. 225 – 246.
- [84] X. Fang, D.H. Reneker, *DNA Fibers by electrospinning* – (1997), *Journal of Macromolecular Science Physics*, Vol. 36B, pp. 169 – 173.
- [85] G.I. Taylor, *Electrically driven jets* – (1969), *Proc R Soc London, Ser A*, Vol. 313, pp. 453 – 475.
- [86] R.S. Barhate, C.K. Loong, S. Ramakrishna, *Preparation and characterization of nanofibrous filtering media* – (2006), *Journal of Membrane Science*, 283: 209 – 218
- [87] F. Montefusco, J. George, R. Foma, T. Cravero, *New technologies in air filtration media* – (2004), *Proceedings of Filtrex 2004*.
- [88] H.L. Schreuder-Gibson, P. Gibson, K. Senecal, M. Sennett, J. Walker, W. Yeomans et al., *Protective textile materials based on electrospun nanofibers* – (2002), *Journal of advanced materials*, vol. 34, pp. 21 – 26.
- [89] Y. Wang, S. Serrano, J.J. Santiago-Aviles, *Conductivity measurement of electrospun PAN-based carbon nanofiber* – (2002), *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 21, pp. 1055 – 1057.
- [90] A.E. Senador Jr, M.T. Shawa, P.T. Mathera, *Electrospinning of polymeric nanofibers : Analysis of Jet Formation* – (2001), *Proceedings of Material Research Society Symposium*, n° 661.
- [91] M.G. Hajra, K. Mehta, G.G. Chase, *Effects of humidity, temperature, a nanofibers on drop coalescence in glass fiber media* – (2003), *Separation and Purification Technology*, Vol.30, pp. 79 – 88.
- [92] K.M. Yun, C.J. Hogan Jr, Y. Matsubayashi, M. Kawabe, F. Iskandar, K. Okuyama, *Nanoparticle filtration by electrospun polymer fibers* – (2007), *Chemical engineering Science*, Vol. 62, pp. 4751 – 4759.
- [93] S.J. Kim, Y.S. Nam, D.M. Rhee, H.S. Park, W.H. Park, *Preparation and characterization of antimicrobial polycarbonate nanofibrous membrane* – (2007), *European Polymer Journal*, Vol. 43, pp. 3146 – 3152.
- [94] R.S. Barhate, C.K. Loong, S. Ramakrishna, *Preparation and characterization of nanofibrous filtering media* – (2006), *Journal of Membrane Science*, Vol. 283, pp. 209 – 218.
- [95] Y.C. Ahn, S.K. Park, G.T. Kim, Y.J. Hwang, C.G. Lee, H.S. Shin, J.K. Lee, *Development of high efficiency nanofilters made of nanofibers* – (2006), *Current Applied Physics*, Vol.6 pp. 1030 – 1035.

- [96] L. Li, M.W. Frey, T.B. Green, *Modification of air filter media with nylon-6 nanofibers* – (2006), Journal of Engineered Fibers and Fabrics, Vol. 1, Issue 1.
- [97] J. Wang, S.C. Kim, D.Y.H. Pui, *Investigation of the figure of merit for filters with a single nanofiber layer on a substrate* – (2008), Journal of Aerosol Science, Vol. 39, pp. 323 – 334.
- [98] A. Podgorski, A. Balazy, L. Gradon, *Application of nanofibers to improve the filtration efficiency of the most penetrating aerosol particles in fibrous filters* – (2006), Chemical Engineering Science, Vol. 61, pp. 6804 – 6815.
- [99] P. Heikkilä, A. Sipilä, M. Peltola, A. Harlin, A. Taipale, *Electrospun PA-66 Coating on Textile Surfaces* – (2007), Textile Research Journal, Vol. 77, pp. 864-870
- [100] R. Komlenic, F. Cousart, *Engineered Composite Products Used in Advanced Filtration* – (2004), Proceedings of Filtrex 2004.
- [101] C. Heldmann, *Air filtration composite structures with superior filtration efficiency and optimised low pressure – using finest meltblown and staple fibers* – (2008), Proceedings of Filtrex 2008, Session 5.
- [102] E. Schmalz, Hycofil<sup>®</sup> - *Innovative Scrim Supported Nonwoven Composites for Surface Filtration* – (2004), Proceedings of Filtrex 2004.
- [103] E. Schmalz, *Hycofil, nontissés hydroliés avec grille de renfort* – (2005), Textiles à Usages Techniques, vol. 56, n°2.
- [104] K. Sutherland, *Combination filter media : Greater than the sum of the parts* – (2006), Filtration + Separation, May.
- [105] W. Rupertseder, *Improved filter efficiency through integrated nanofibers* – (2008), Proceedings of Filtrex 2008, Session 1.
- [106] A. Duran, *An inside look at air filter media : pros & cons* – (November 2004), Filtration + Separation.
- [107] A. Blum, M. Durst, N. Moser, *High performance nonwoven materials for engine air filtration* – (2004), Proceedings of Filtrex 2004.
- [108] N. Anantharamaiah, H. V. Tafreshi, B. Pourdeyhimi, *A study on flow through hydroentangling nozzle and their degradation* – (2006), Chemical Engineering Science, 61: 4582 – 4594.
- [109] E. Ghassemieh, H. K. Versteeg, M. Acar, *Effect of nozzle geometry on the flow characteristics of hydroentangling jets* – (2003), Textile Research Journal, 73: 444 – 450.
- [110] E. Ghassemieh, M. Acar, H. K. Versteeg, *Improvement of energy transfer in the hydro-entanglement process* – (2001), Composites Science and Technology, 61: 1681 – 1694.

[111] H. Vahedi Tafreshi, B. Pourdeyhimi, R. Holmes, D. Shiffler, *Simulating and characterizing water flows inside hydroentangling orifices* – (2003), *Textile Research Journal*, 73: 256 – 262.

[112] A. Begenir, *The role of orifice design in hydroentanglement* – (2002), Master Thesis, Raleigh, North Carolina, USA.

[113] Y. Klatwitter, *New unique treatment for enhanced filter performance – the nanogate technology* – (2008), *Proceedings of Filtrex 2008*, Session 1.

[114] M. Pauwels, *Low pressure plasma coatings for automotive engine air filters* – (2008), *Proceedings of Filtrex 2008*, Session 4.

**Chapitre II – Conditions de mise en œuvre des structures filtrantes, procédés et caractérisation.**



## Chapitre II. Conditions de mise en œuvre des structures filtrantes, procédés et caractérisation

Dans ce chapitre, nous allons décrire plus précisément les conditions de mise en œuvre des structures nontissées développées lors de cette étude ainsi que les matières premières (fibres) sélectionnées. Nous détaillerons ensuite les moyens de caractérisation utilisés afin de déterminer les caractéristiques structurales, les propriétés mécaniques et les propriétés de filtration des matériaux étudiés. Ensuite, nous poursuivrons par une étude préliminaire sur les masques respiratoires qui sont les produits les plus représentatifs de notre objectif de compromis perte de charge et efficacité. Cette étude fixera des objectifs en termes de structures et de propriétés. Enfin, la mise en œuvre de structures avec des fibres spéciales nous permettra d'optimiser des paramètres de production. Ces paramètres seront évalués par rapport aux propriétés de filtration.

### II.1. Techniques de mise en œuvre des nontissés

#### II.1.1. Présentation de la ligne de fabrication cardage et aiguilletage

Pour réaliser les structures nontissées nous avons utilisé deux lignes pilotes disponibles à la plateforme technologique nontissée de l'IFTH à Tourcoing. La première est constituée d'une ouvreuse, d'une cardé à rouleaux, d'un étaleur-nappeur, d'une aiguilleteuse et d'un enrouleur (Figure II.1). Cette ligne nous permet de réaliser la formation d'un nontissé pré-consolidé avec une masse surfacique en général supérieure à 100 g/m<sup>2</sup>.

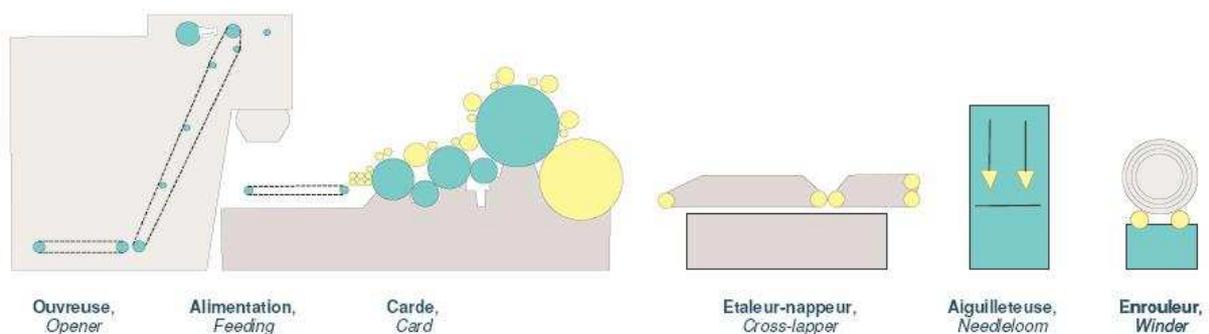


Figure II.1 - Schéma de la ligne voie sèche / aiguilletage

La ligne se présente comme suit :

- **L'ouvreuse** commence la séparation des blocs de fibres accumulés lors du compactage des balles de fibres. Elle crée un début d'homogénéisation du mélange de fibres et permet l'alimentation de la carde. Le mélange de plusieurs fibres différentes est réalisé au préalable par pesage en fonction des proportions de fibres introduites.
- **L'alimentation** assure la dépose des fibres sous la forme d'un matelas épais régulier. Le système pilote l'ouvreuse afin d'amener les fibres dans la cheminée dite volumétrique en fonction du volume occupé par la fibre.
- **La carde (de marque F.O.R.)**, individualise progressivement les fibres, crée une très bonne homogénéisation du mélange, assure l'uniformité de répartition des fibres et forme à la sortie un voile de fibres disposées plus ou moins parallèlement. Le voile possède ici une largeur de 1m.
- **L'étaleur-nappeur (de marque F.O.R.)** permet la superposition de plusieurs couches de voiles réglant ainsi la masse surfacique du produit. Il nous permet d'obtenir des voiles plus isotropes avec des fibres orientées en diagonales suivant la dépose du voile.
- **L'aiguilleteuse (de marque DILO)**, utilisée pour l'opération dite de « pré-aiguilletage », réalise le compactage de la nappe et commence l'enchevêtrement des fibres pour donner au produit un minimum de résistance afin de procéder aux étapes de consolidation suivantes.
- **L'enrouleur** conditionne le produit sur un rouleau.

L'intérêt d'utiliser une ligne voie sèche réside notamment dans la diversité des matières premières que l'on peut utiliser, qu'elles soient d'origine naturelle, artificielle ou synthétique. Nous avons aussi la possibilité dans l'ouvreuse de réaliser des mélanges de plusieurs fibres. L'utilisation de cette ligne assure un contrôle sur les caractéristiques structurelles, notamment la masse surfacique, la densité de fibres et les proportions de mélange de fibres. La vitesse de production de cette ligne nous permet une consommation en fibre modérée par rapport à l'industrie avec en moyenne 10 à 20 kg par essais (Il faut compter une balle de 200 kg par essai chez un industriel). Cependant elle nous permet d'obtenir des produits plus représentatifs et plus proches de l'industrie que sur des lignes de laboratoire. Il est important de noter que de nombreux paramètres de production existent sur cette ligne qui peuvent

influencer la qualité du voile et du nontissé à chaque étape comme l'uniformité du voile formé sur la carte par exemple ou la qualité de formation de la nappe afin d'éviter les accumulations de fibres.

### II.1.2. Présentation de la ligne de consolidation par hydroliage

La deuxième ligne utilisée sur la plateforme nous permet de consolider les voiles cardés par des jets d'eau lors de l'opération de consolidation appelée hydroliage. Le choix s'est porté vers cette technologie qui présentait une réelle émergence dans le domaine de la filtration. En effet, celle-ci offre la possibilité de réaliser des structures fibreuses compactes, de masse surfacique variable avec un procédé rapide. Ce procédé permet également de travailler des fibres très fines, spéciales, comme les fibres bicomposantes segmentées, de procurer à la structure une bonne résistance mécanique associée à une souplesse et un confort au porter. Cette technique est aussi employée pour assembler et consolider des structures de voiles superposées pour former ce qu'on appelle des nontissés composites ou coformés. [1, 2, 3, 4].

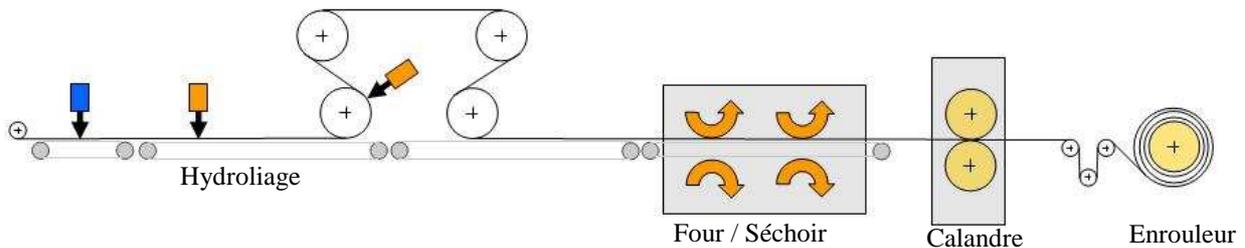


Figure II.2 - Schéma de la ligne de consolidation par hydroliage

La Figure II.2 présente le schéma de la ligne de consolidation. Elle est composée de plusieurs éléments, comme la partie **hydroliage** (Rieter Perfojet) composée de deux injecteurs (face avant et face arrière) pouvant monter jusqu'à 200 bars et d'un pré-mouilleur. Elle dispose d'un **four/séchoir** (Fleissner) à air chaud permettant une consolidation thermique où majoritairement dans notre cas de sécher les échantillons hydroliés jusqu'à 150°C. Pour le séchage nous veillerons à rester en dessous du point de fusion des polymères utilisés. La **calandre** (Putz) qui sert notamment à compacter les échantillons sera aussi ajustée en dessous du point de fusion des fibres thermoplastiques. Nous avons travaillé à des vitesses de production autour de 5 m/min pour des raisons pratiques, sachant que la vitesse de production peut être 20 à 40 fois plus élevée suivant le produit et la configuration du procédé.

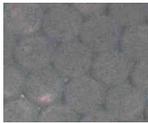
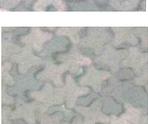
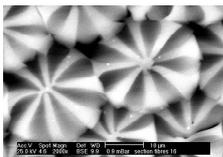
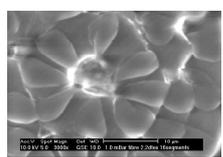
### II.1.3. Matières premières utilisées

Comme identifié au chapitre I, ce sont les caractéristiques des fibres qui assurent les performances de filtration. Il nous semblait donc nécessaire d'étudier plusieurs types de fibres qui constitueront la matière première de notre nontissé filtrant. Dans le *Tableau II.1* sont résumées les caractéristiques des fibres utilisées au cours de cette étude et notamment, la forme de la section, la taille en microns et décitex, la nature, les propriétés thermiques et le nom du fournisseur. Le conditionnement de ces fibres se fait par des « balles » d'un poids variant entre 200 et 300 kg.

Les fibres « pie-wedge » et « hollow pie-wedge » sont respectivement, des fibres bicomposantes et bicomposantes creuses où la section est composée de segments de deux polymères différents. Dans notre cas, les fibres sont composées de seize segments. L'avantage dans l'utilisation de ces fibres est de pouvoir utiliser la carte avec des fibres dont le titre est compris entre 2,2 et 3,3 dTex et par la suite lors de l'opération de consolidation de les éclater en segments individuels. Nous obtenons à la fin du process des fibres de titre inférieur à 0,2 dTex ( $< 5\mu\text{m}$ ) avec toutes les caractéristiques d'un nontissé qui serait cardé avec des fibres de 3,3 dTex. Pour exemple, la résistance, l'uniformité du voile et la masse surfacique sont meilleurs que des produits issus du process meltblown avec des diamètres de fibres équivalents [5, 6, 7].

Les procédés les plus utilisés pour diviser les segments se font par action mécanique, on retiendra notamment deux procédés disponibles sur la plateforme : l'aiguilletage et l'hydroliage qui permettent d'éclater les fibres et de consolider le voile en même temps [8]. Dans le cadre de notre étude, seul l'hydroliage sera utilisé pour séparer les segments et nous montrerons dans la prochaine partie que les paramètres du procédé influenceront énormément les qualités du produit. Ces fibres trouvent leurs applications dans les domaines suivants : cuirs synthétiques, vestes synthétiques, garniture textile, isolation, vaisseaux sanguins synthétiques et filtration de l'air [8, 9].

Tableau II.1 - Fibres utilisées en cardage lors de nos études

<u>Forme de section</u>	<u>Nature</u>	<u>Diamètre / Titre</u>	<u>T°fusion</u> <u>T°Ramollissement</u>	<u>Fournisseurs</u>
	PET (Polyester)	10 à 40 µm 0.9 à 17 dTex	250°C 240°C	Max Model Wellman Tergal
	Lyocell (Cellulose)	12 µm 1.7 dTex	Se décompose vers 190°C	Lenzing
	PP (Polypropylène)	16 µm 1.7 dTex	170°C 150°C	Fibervision
	PET - "U" (Polyester)	14 µm 2.2 dTex	250°C 240°C	Chinese Fibers
	PET - "X" (Polyester)	14 µm 2.2 dTex	250°C 240°C	Chinese Fibers
	PET - "Y" (Polyester)	14 µm 2.2 dTex	250°C 240°C	Chinese Fibers
	PET - "4DG" <sup>®</sup> (Polyester)	27 µm 6.7 dTex	250°C 240°C	FIT Fibers
	<b><u>Fibre bicomposante segmentée (Pie- wedge):</u></b> PET/PA6 - 50/50 16 segments (Polyester - Polyamide)	<b><u>Non éclatées:</u></b> 18,5 µm 3.3 dTex (Théo) <b><u>Eclatées:</u></b> 4.6 µm 0.2 dTex (Théo)	<b><u>T°fusion:</u></b> 250°C (PET) 230°C (PA6) <b><u>T°ramollissement</u></b> 240°C (PET) 215°C (PA6)	FIT Fibers
	<b><u>Fibre bicomposante creuse segmentée (Hollow pie-wedge):</u></b> 16 segments PP/PE - 50/50 (Polypropylène - Polyéthylène)	<b><u>Non éclatées:</u></b> 17 µm 2.2 dTex (Théo) <b><u>Eclatées:</u></b> 4.3 µm 0.14 dTex (Théo)	<b><u>T°fusion:</u></b> 170°C (PP) 130°C (PE) <b><u>T°ramollissement</u></b> 150°C (PP) 120°C (PE)	Fibervision

## II.2. Techniques de caractérisation des nontissés

### II.2.1. Observation des échantillons et mesure du diamètre des fibres

La qualité de répartition et l'entremêlement des fibres en surface sont évalués à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) environnemental XL40 de Philips situé à l'IFTH. Des vues en coupes sont réalisées afin d'observer l'organisation des fibres sur l'épaisseur ainsi que les différents mélanges de fibres et associations de structures réalisées. Les vues de la surface nous permettront dans certains cas de mesurer le diamètre des fibres quand celles-ci sont trop fines pour être vues au microscope optique. Le grossissement va de x20 à x5000. La résolution de l'image obtenue est de 712 x 484 pixels. Le pixel est l'unité de conversion pour la mesure du diamètre des fibres sur l'ordinateur. Un minimum de 100 mesures de diamètre est effectué afin d'obtenir une moyenne représentative de chaque échantillon.

On privilégiera tout de même le microscope optique pour la mesure du diamètre des fibres et l'observation en coupe de ces fibres notamment pour les géométries particulières. La coupe transversale des fibres est observée sur un microscope binoculaire : Axiolab, Zeiss. Une représentation schématique du montage expérimental est donnée en Figure II.3.

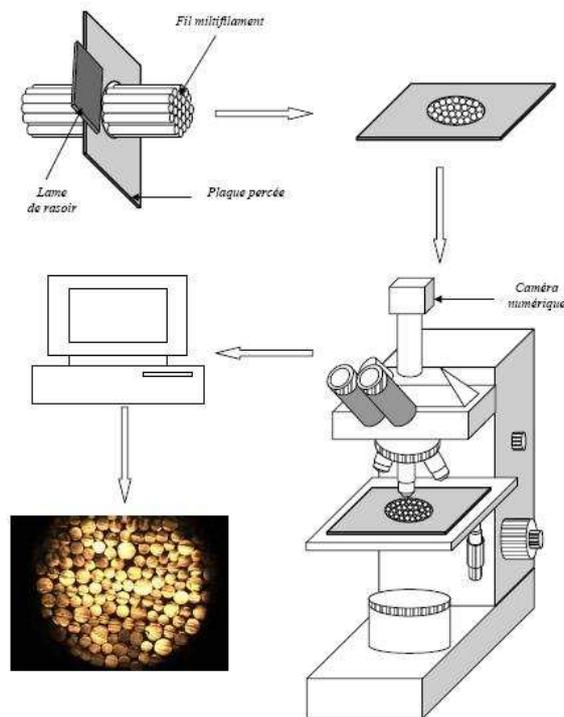


Figure II.3 - Montage expérimental pour la détermination du diamètre moyen et l'observation des fibres en coupe

Le diamètre est déterminé comme pour le MEB avec un minimum de 100 mesures. Les grossissements vont de x10 à x40. La résolution des images obtenues est de 2048 x 1536 pixels avec toujours le pixel comme unité de conversion pour la mesure du diamètre des fibres.

### II.2.2. Mesure des caractéristiques structurelles

Les caractéristiques structurelles mesurées sont la **masse surfacique**, l'**épaisseur** et la **compacité**. La masse surfacique est mesurée selon la norme ISO 9073-1 [10]. Cinq échantillons par référence sont prélevés avec un emporte pièce circulaire afin d'obtenir une bonne représentativité des différents nontissés. La moyenne et l'écart-type calculés, on retire tous les échantillons dont la masse surfacique n'est pas comprise dans cette plage et nous recommençons à prélever jusqu'à obtenir cinq nontissés par référence compris dans la gamme définie. Cela nous permettra par la suite de s'affranchir des aléas de production, notamment dans l'homogénéité des voiles qui peut varier et qui peuvent avoir des impacts dans les propriétés mesurées.

Une fois que la masse surfacique est mesurée et validée, on peut utiliser ces mêmes échantillons pour la mesure de l'épaisseur. Elle est conforme à la norme EDANA WSP 120.1 [11]. L'appareil utilisé est un comparateur de marque Zweigle et le poids utilisé correspond à une charge de 1 kPa. C'est ce poids qui a été retenu pour toutes les mesures d'épaisseurs et conformément à la norme qui implique l'utilisation de cette charge pour des nontissés hydroliés d'épaisseur inférieure à 1 mm. De plus, lors des premières mesures nous n'avons remarqué aucune différence entre 0,1 et 1 kPa.

La compacité représente le volume de matière sur le volume total d'un nontissé. Plus généralement on peut l'exprimer en 1 - porosité. Elle est notée  $\alpha$  et se déduit à partir de la mesure d'épaisseur et de grammage avec la formule suivante :

$$\alpha = \frac{G}{\rho_f \times Z} \quad (\text{II.1})$$

Avec  $G$  la masse surfacique en  $\text{g/m}^2$ ,  $\rho_f$  la masse volumique des fibres en  $\text{kg/m}^3$ , et  $Z$  l'épaisseur en mm.

### II.2.3. Mesure des propriétés de filtration

#### II.2.3.1. Perméabilité à l'air

La perméabilité à l'air caractérise la capacité du nontissé filtrant à laisser s'écouler l'air au travers de la structure fibreuse. Autrement dit, plus la perméabilité à l'air sera élevée, plus le média filtrant sera respirable. La mesure est effectuée sur le perméabilimètre à air de marque Textest FX3300 avec une perte de charge d'aspiration fixée à 200 Pa selon la norme ISO 9237 [12]. Le résultat de perméabilité à l'air est exprimé en  $l/m^2/s$  ce qui représente un débit d'air par rapport à une surface de  $1 m^2$ .

#### II.2.3.2. Banc de filtration avec aérosol liquide

Le banc de filtration avec aérosol liquide de marque Lorentz représenté par le schéma en *Figure II.4* répond aux critères de la norme EN 149 pour le test de masques respiratoires. Ce sont deux mesures qui sont effectuées sur ce banc, la première est la perte de charge à trois débits différents : 30, 95 l/min en inspiration et 160 l/min en expiration (ce qui correspond à deux débits dans un sens et un débit dans l'autre sens). La perte de charge obtenue est exprimée en mbars. La surface plane testée est de  $78 cm^2$  (contrairement aux masques qui sont placés de façon à caractériser toute leur surface de  $180 cm^2$ ) et nous permet de calculer les vitesses d'air correspondantes soit  $0,064 m/s$  pour le débit de 30 l/min,  $0,2 m/s$  pour le débit à 95 l/min et  $0,34 m/s$  pour le débit à 160 l/min.

L'efficacité de filtration est mesurée en utilisant un aérosol liquide monodispersé d'huile de paraffine qui sera généré pendant 3 minutes avec un diamètre médian de  $0,6 \mu m$ . Le débit est fixé à 95 l/min ( $0,2 m/s$ ) dans un seul sens et l'efficacité de filtration se déduit du ratio en concentration massique d'aérosol entre l'amont et l'aval du filtre.

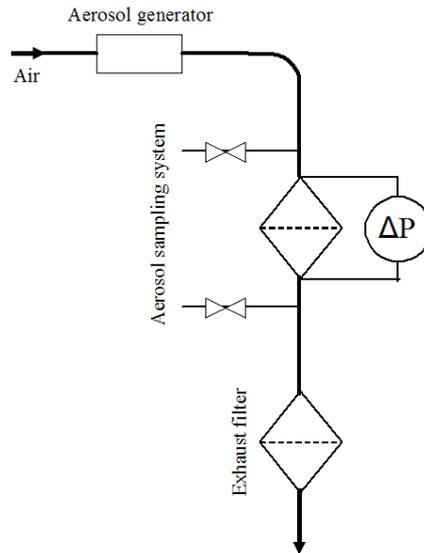


Figure II.4 - Schéma du banc de filtration avec aérosol liquide

### II.2.3.3. Banc de filtration avec aérosol solide

Les mesures sur ce banc de filtration sont effectuées au Laboratoire des Sciences du Génie Chimique (LSGC) à Nancy. Le principe de ce banc d'essai (Figure II.5) est de générer un aérosol solide de fluorescéine pour un diamètre voulu et ensuite de transporter cet aérosol avec un débit constant et donc une vitesse de filtration constante. On mesure ensuite la quantité d'aérosol déposée à la fois sur le filtre de test et le filtre Très Haute Efficacité (THE) de récupération par analyse spectro-fluorométrique après mise en solution d'eau ammoniacquée de ces filtres.

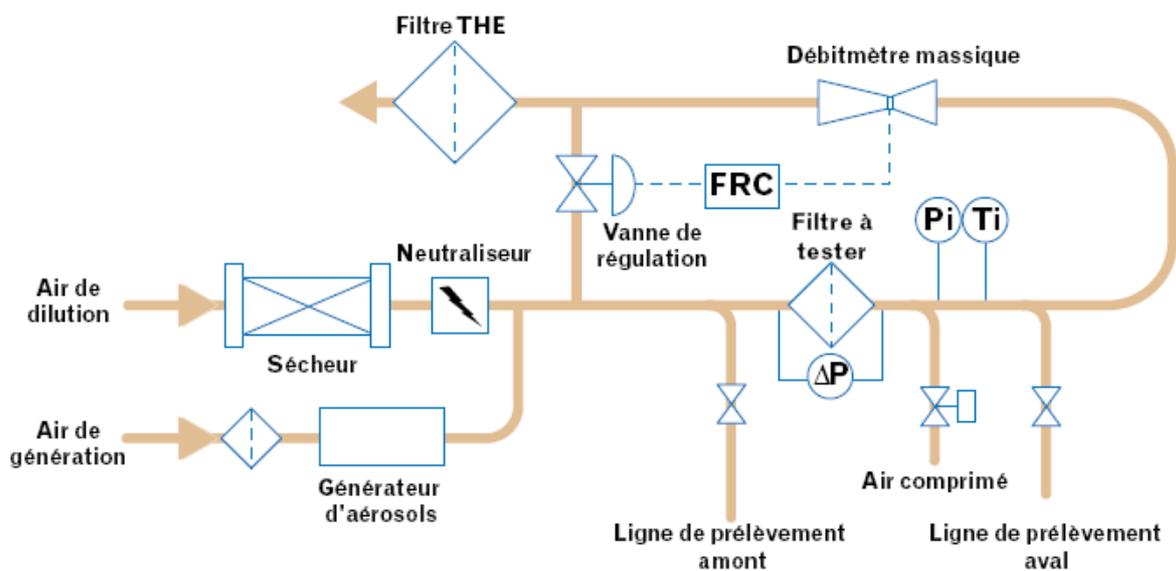


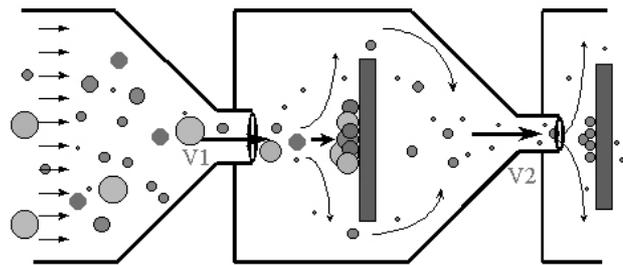
Figure II.5 - Schéma du banc de filtration aérosol solide

Air de génération :

Un aérosol de fluorescéine est d'abord généré. Il est considéré comme un aérosol solide grâce à l'air de séchage, proche du NaCl. Le diamètre de l'aérosol monodispersé est de  $0,18 \mu\text{m}$  avec une distribution suivant une loi de Gauss d'écart-type géométrique de 1,8 [13]. On utilise la fluorescéine pour la détection car c'est un composé facilement identifiable et quantifiable par analyse spectro-fluorométrique.

Afin d'obtenir la bonne granulométrie, l'aérosol est impacté sur plusieurs plaques (*Figure II.6*), l'inertie de la particule ajoutée à la vitesse de l'air nous permet donc d'obtenir cette taille d'aérosol.

Les deux vitesses V1 et V2 sont réglées par deux pressions la première à 1,9 bars et la deuxième à 4 bars.



*Figure II.6 - Granulométrie de l'aérosol obtenue par impaction*

L'air de séchage :

Cet appareil sert tout simplement à sécher l'air dans la conduite afin d'avoir un taux d'humidité relative en dessous de 15%. C'est pour cela que l'on peut considérer l'aérosol généré comme solide.

Lignes de prélèvement, régulateur et débitmètre

Ces lignes nous permettent tout d'abord de réguler le débit dans la conduite, mais aussi grâce au débitmètre d'obtenir la mesure de la perte de charge du filtre de test et aussi du filtre THE. La vitesse de filtration est réglée à 4 cm/s ce qui correspond à un débit de 23 l/min. Il est à noter que la valeur de débit réelle diffère légèrement de la valeur de débit réglée sur le

débitmètre. On appelle cette valeur brute, le normo-litre, qui prend en compte le fait que l'air est un gaz compressible et que sous l'effet de la température et de la pression, le débit d'air peut varier :

$$\begin{cases} PQ = nRT \\ P_0 Q_0 = nRT_0 \end{cases} \text{ soit pour notre exemple : } Q_0 = Q \times \frac{273}{273 + 20} \times 1, \text{ c'est la température qui}$$

influe sur la compressibilité de l'air.

Pi et Ti (Figure II.5) sont respectivement la pression et la température en amont de la ligne. La pression d'arrivée d'air est d'environ 5 bars.

### Mesures

Pour la mesure de la perte de charge, on va donc fixer trois débits différents correspondant à la norme EN 149 (30, 95 et 160 l/min réels) et on relèvera la mesure de la perte de charge à l'aide d'un débitmètre d'une précision au 100<sup>ème</sup> de mbars.

Pour la mesure de l'efficacité on va donc collecter l'aérosol à la fois sur notre filtre test et sur le filtre THE Whatmann d'une efficacité estimée à 99.9999%. Dans le doute, un dernier filtre situé en aval de la ligne récupère le reste des aérosols. L'essai durera 3 min afin de comparer les résultats avec ceux du test sur aérosol liquide. La coloration du filtre par l'aérosol donne une teinte plus ou moins rose dépendant de la masse collectée. (Figure II.7)

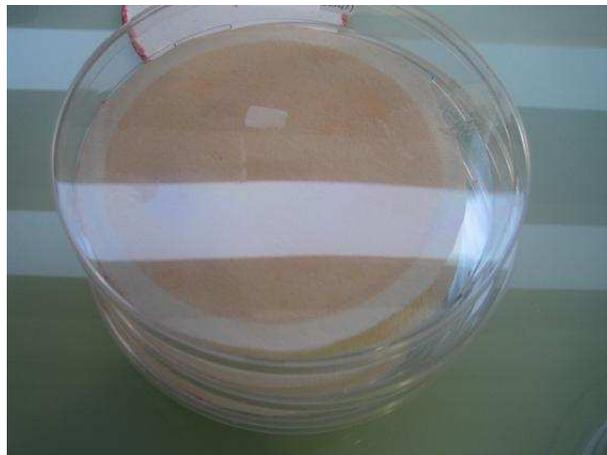


Figure II.7 - Teinte rosée de l'aérosol

### Mise en solution

Une fois l'essai terminé, on démonte chacun des portes filtres (test et THE) que l'on stocke dans une boîte pétri et dans le noir car la fluorescéine est sensible à la lumière. Une fois la série terminée, on peut mettre en solution les échantillons dans une solution ammoniacuée d'un pH situé entre 9,5 et 10. La solution est préparée avec 250  $\mu$ l de  $\text{NH}_3$  dissout dans 1L d'eau, on verse ensuite 100ml dans chaque boite de pétri. La précision est ici de rigueur car on peut très précisément estimer la concentration en fluorescéine déposée sur le filtre. Il est important pour chaque nouvelle solution d'eau ammoniacuée de vérifier que le pH soit compris entre 9,5 et 10. Il est à noter qu'après la mise en solution, on observe une coloration fluo (*Figure II.8*).



*Figure II.8 - Coloration fluo de la solution*

### Spectro-fluorométrie

La fluorescéine voit son pic de longueur d'onde d'émission maximal pour 512 nm. A partir de l'absorbance on en déduit la concentration en aérosol dans la solution. Dans le cas où les conditions de mise en dilutions ne sont pas pertinentes (cas des fibres hydrophobes), on déduit la concentration de particules filtrées à l'aide du filtre THE.

## **II.2.4. Propriétés mécaniques**

Les mesures des propriétés mécaniques ont été réalisées selon la norme EDANA WSP 110.4 [14] sur des bandelettes de 5 cm de largeur et 25 cm de longueur. Nous avons utilisé un banc de traction MTS constitué d'une traverse mobile associée à un capteur de force de 1 kN. La distance entre les mâchoires a été fixée à 20 cm et la vitesse de déplacement à 100 mm/min.

Une précharge de 1 N est appliquée à chaque échantillon pour réitérer les essais dans des conditions identiques. Nous avons pris soin de mesurer le grammage de chaque bandelette afin de se situer dans la plage définie au départ. Six échantillons au total par référence seront testés, 3 en sens machine (MD) et 3 en sens travers (CD). L’essai se déroule jusqu’à la rupture de l’échantillon et nous relèverons les valeurs de force maximale ( $F_{max}$ ) et d’allongement ( $\epsilon$  en %) correspondantes. Avec la mesure de l’épaisseur sur chaque bandelette nous allons exprimer la contrainte maximale ( $\sigma$ ) en MPa de l’échantillon :

$$\sigma = \frac{F_{max}}{Z * l} \times 10^{-6} \quad (\text{II.2})$$

Avec  $F_{max}$  la force maximale en N,  $Z$  l’épaisseur en m et  $l$  la largeur de la bandelette en m.

D’autres tests ont bien sûr été envisagés, notamment dans le cadre du confort au porter avec des tests de souplesse, angle de courbure, abrasion...

Avant d’entamer le chapitre 3, il nous semblait important de présenter une étude préliminaire sur une structure nontissée existante utilisée dans les masques respiratoires qui nous servira de point de repère dans l’élaboration de notre filtre. Elle nous permettra de fixer les objectifs en termes d’efficacité, de perméabilité à l’air (ou perte de charge) et d’identifier les possibles problèmes pouvant se poser dans la problématique de notre étude.

## II.3. Etude préliminaire sur un masque FFP2

### II.3.1. Caractéristiques structurelles du masque

On dénombre de nombreux fabricants de masques respiratoires, pour ne citer que quelques-uns : 3M, Deltalyo, Macopharma, Paul-Boyé, Sperian Protect, Thuasne... Tous ces masques sont composés de deux couches protectrices en spunbond polypropylène et de 2 ou plusieurs couches filtrantes en meltblown. Chaque couche sera étudiée séparément puis le masque dans son ensemble. Les données concernant la masse surfacique, l'épaisseur, la compacité et le diamètre des fibres sont regroupées dans le *Tableau II.2* suivant les différents modes opératoires explicités dans le chapitre 2. Il s'agit ici de se donner un ordre d'idée des caractéristiques structurelles des structures existantes afin d'orienter nos futurs travaux dans le développement des nontissés.

*Tableau II.2 - Caractéristiques structurelles mesurées sur les monocouches composant un masque FFP2 et le masque dans son intégralité*

Références	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Epaisseur (mm)	Compacité (%)	Diamètre des fibres (µm)
Meltblown	[20 – 50]	[0,2 – 0,5]	[11 – 15]	[3 – 5]
Spunbond	[25 – 40]	[0,25 – 0,4]	[13 – 15]	[15 – 20]
Masque	[100 – 150]	[0,8 – 1,2]	[14 – 15]	[3 – 5] <sup>2</sup>

Les couches de meltblown sont moins compactes que celle de spunbond. Comme expliqué dans l'état de l'art, le procédé meltblown permet d'obtenir des fibres plus fines nécessaires à l'efficacité de filtration. Contrairement à la masse surfacique et l'épaisseur, le contrôle du diamètre des fibres semble plus difficile à en juger par la *Figure II.9*, qui présente la distribution du diamètre des fibres dans un échantillon de meltblown. La distribution suit une loi log normale avec un diamètre moyen de 3,2 µm, un écart type de 1,5 µm et un coefficient de variation (CV) de 46,8%. Cela nous montre une grande disparité avec des valeurs pouvant aller de 0,5 à 10 µm. Ces distributions sont caractéristiques des produits meltblown [15, 16].

<sup>2</sup> Nous ne considèrerons que le diamètre des fibres des couches meltblown considérées filtrantes.

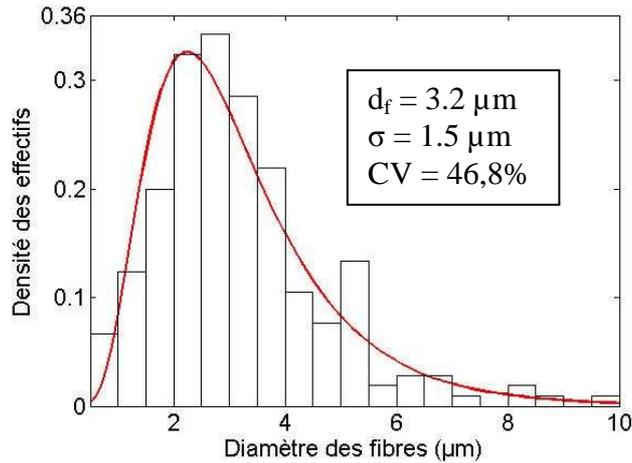


Figure II.9 - Distribution du diamètre des fibres pour un meltblown sur 200 mesures

### II.3.2. Propriétés de filtration

Les propriétés de filtration, perte de charge et efficacité, sont mesurées sur le banc de filtration avec aérosol liquide (paraffine), la perméabilité à l’air sera mesurée sur le perméabilimètre à air de marque Textest FX3300. Nous ferons la distinction entre les mesures effectuées à plat, surface de 78 cm<sup>2</sup>, correspondant à la surface d’essai de la machine et les mesures effectuées sur les surfaces totales de masques ( $S_{totale}$ ) pouvant varier de 160 à 180 cm<sup>2</sup>. L’efficacité de filtration sera mesurée sans charges électrostatiques avec un traitement à l’isopropanol [17]. Un ordre de grandeur des propriétés mesurées sur des masques commerciaux sont résumées dans le *Tableau II.3*.

On voit tout d’abord qu’un voile meltblown seul ne suffit pas à fournir les propriétés requises, on comprend donc la nécessité de composer des structures avec plusieurs couches filtrantes.

Tableau II.3 - Propriétés de filtrations mesurées sur les monocouches et les masques FFP2

Référence	Perte de charge à 95 l/min (Pa)	Perméabilité à l’air (l/m <sup>2</sup> /s)	Efficacité (%)
Meltblown (A plat – Sans Charges)	[100 – 130]	[350 – 400]	[30 – 40]
FFP2 (A plat – Sans charges)	[300 – 400]	[100 – 125]	[70 – 80]
FFP2 (A plat – Avec charges)	[300 – 400]	[100 – 125]	[96 – 98]
FFP2 ( $S_{totale}$ – Avec charges)	[150 – 200]	[100 – 125]	[97 – 99,9]

Le gain d'efficacité entre un masque chargé et non-chargé est compris entre 25 et 30 % avec une perméabilité à l'air qui ne varie pas. L'effet de ces charges est donc à prendre en considération car il permet au masque d'obtenir les spécifications recommandées par la norme EN149. Enfin ce tableau nous montre l'influence de la surface de filtration testée, car on obtient une perte de charge plus faible avec le masque testé dans son intégralité (entre 150 et 200 Pa ) avec la surface totale du masque) que posé à plat (entre 300 et 400 Pa avec 78 cm<sup>2</sup>). Dans le cas où l'on mesure à plat, la norme indique une perte de charge inférieure à 240 Pa, le masque est donc rejeté contrairement à la mesure avec surface totale. Pour l'efficacité nous avons noté qu'elle était plus élevée dans le cas de la surface totale rejoignant les résultats observés avec la perte de charge. La valeur mesurée au perméabilimètre à air nous servira de référence puisque rapportée au m<sup>2</sup>.

Dans le cas où la surface de filtration est plus élevée, les résultats d'efficacité vont augmenter tandis que les résultats de perte de charge vont diminuer.. C'est déjà un principe appliqué en filtration et dépolluissage avec le plissement des filtres qui permet d'obtenir des surfaces filtrantes de 20 m<sup>2</sup> pour un encombrement au maximum de 2 m<sup>2</sup>. Afin de vérifier l'influence de la surface de filtration, nous avons décidé de mesurer la diminution de perte de charge et le gain d'efficacité sur des masques commerciaux à l'aide du banc de filtration d'aérosols liquides, à différents débits pour plusieurs surfaces de filtration : 100, 150 et 200 cm<sup>2</sup> par rapport à la surface test de 78 cm<sup>2</sup>. Ces résultats sont illustrés sur la Figure II.10.

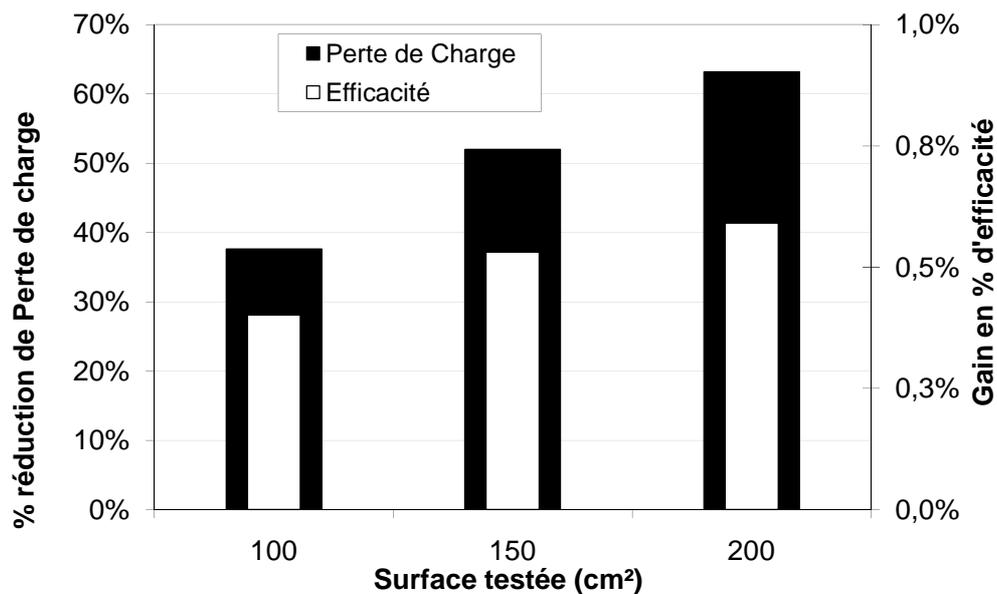


Figure II.10 - Influence de la surface de filtration sur le gain d'efficacité et la diminution de la perte de charge par rapport à la surface à plat de 78 cm<sup>2</sup>.

Il apparaît clairement que l'on diminue fortement la perte de charge et que l'on augmente légèrement l'efficacité de filtration. Ces résultats confirment nos observations expérimentales sur les structures commerciales.

### **II.3.3. Comportement des masques face à un vieillissement accéléré**

Nous avons souhaité vérifier le comportement des propriétés de filtration d'un masque lors d'un vieillissement. L'objectif est d'observer lors d'un stockage sous différentes températures, correspondant à différentes saisons et donc conditions climatiques, les propriétés de filtration du masque et notamment l'efficacité qui peut être altérée à cause des charges électrostatiques.

Les paramètres utilisés dans l'enceinte climatique sont la température (T) et l'humidité relative (HR) avec lesquels sont programmés différents cycles : Hiver (A), Automne (B), Été (C) et Stockage (S). La *Figure II.11* représente schématiquement les différents cycles. Le cycle stockage correspond à un vieillissement accéléré sous des conditions extrêmes,  $T = 70^{\circ}\text{C}$  et  $\text{HR} = 90\%$  pendant 15 et 30 jours. Trois échantillons sont testés pour chaque cycle afin de vérifier la dispersion des résultats.

Les résultats sont donnés par la *Figure II.12* et nous montrent très clairement que les différents cycles ne semblent pas avoir altérés les propriétés de filtration. On peut donc supposer que l'humidité relative et la température ne sont pas des facteurs influents sur les charges électrostatiques puisque l'efficacité est maintenue. Ces résultats sont confirmés par les travaux d'Otani et al. et de Motyl et al., [18, 19] qui ont testé dans un environnement humide à 90% pendant un mois des filtres électrets, dont les performances sont restées stables et la densité de charges à la surface quasi-identique à celle de départ. Cependant d'autres auteurs [20, 21] indiquent que dans le cas de charges électrostatiques déposées sur des polymères polaires, une décharge peut se produire à cause de l'humidité, au travers des interactions dipôle-dipôle entre l'eau et les groupes fonctionnels polaires. Mais dans notre cas cela ne s'applique pas, la charge électrostatique étant sur du polypropylène.

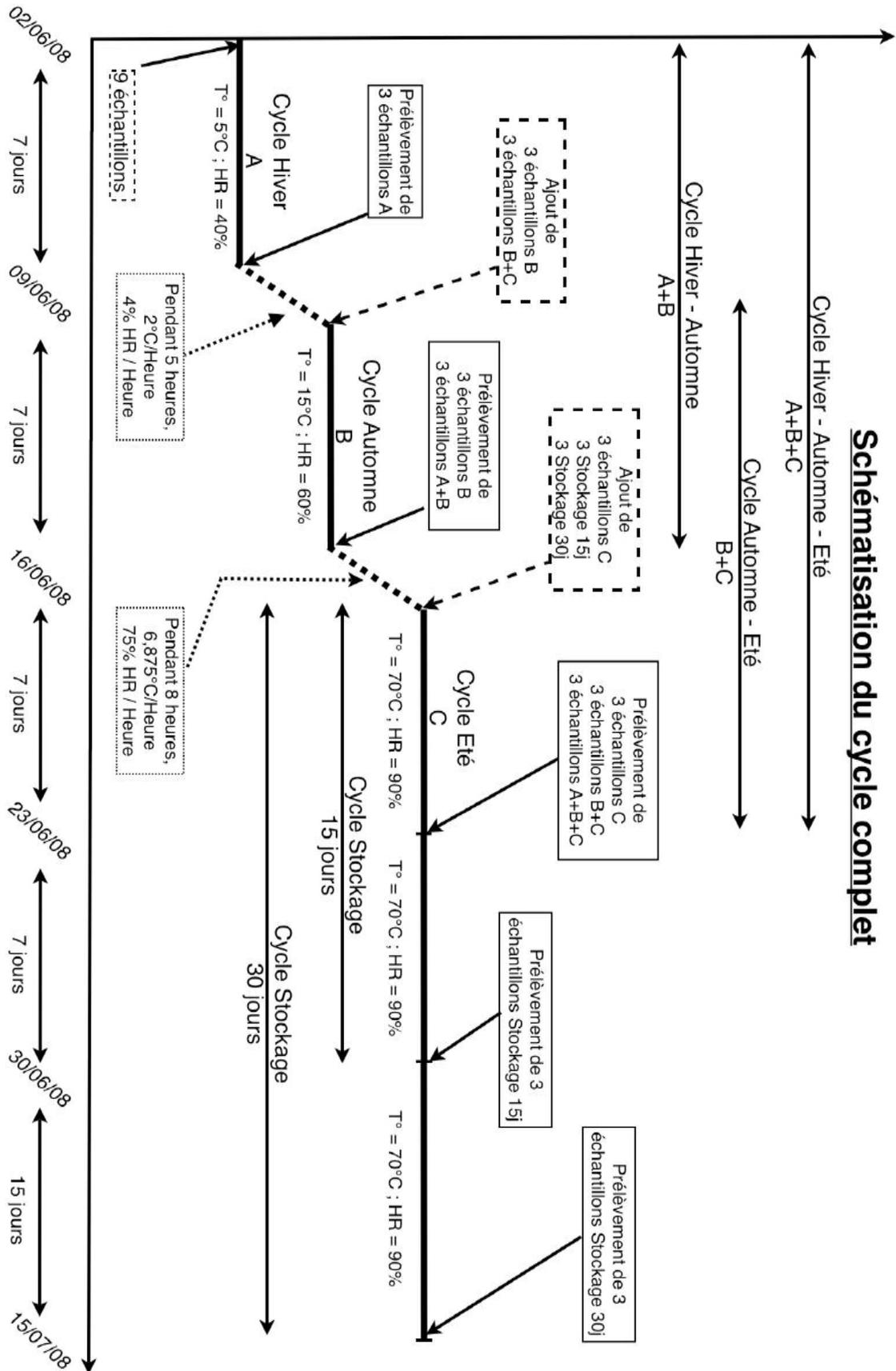


Figure II.11 - Schématisation du cycle complet de vieillissement accéléré

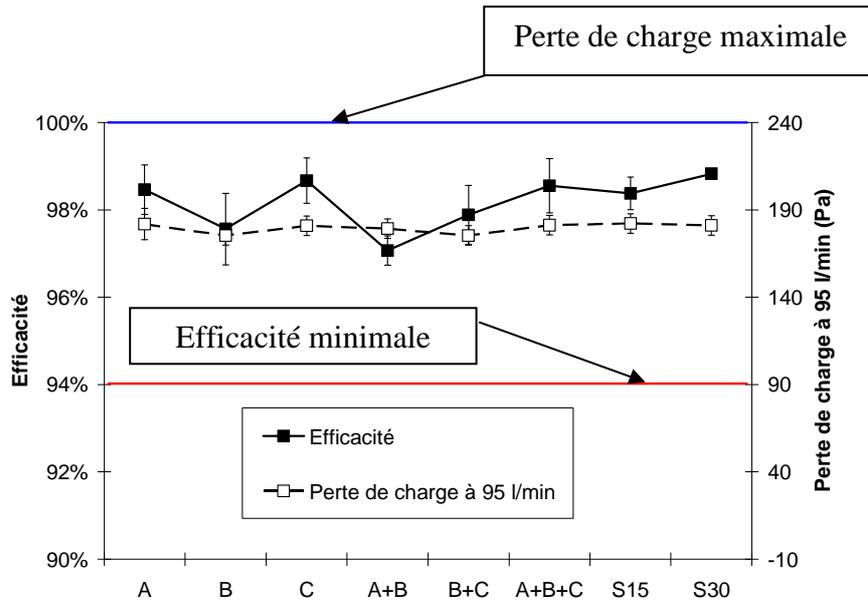


Figure II.12 - Evolution des efficacités et perte de charges moyennes des masques FFP2 sous les différents cycles climatiques

### II.3.4. Influence d'une fonctionnalisation sur les propriétés de filtration

La dernière étude réalisée sur nos masques FFP2 concerne l'influence du futur traitement de fonctionnalisation sur les propriétés de filtration et notamment sur les charges électrostatiques, qui en présence de solvants ou composés chimiques peuvent être altérées [22, 23]. L'étude menée est la suivante : après fonctionnalisation d'une ou deux couches filtrantes (Meltblown) intégrées dans un masque FFP2 électret, nous testons les propriétés de filtration sur le banc de filtration avec l'aérosol liquide.

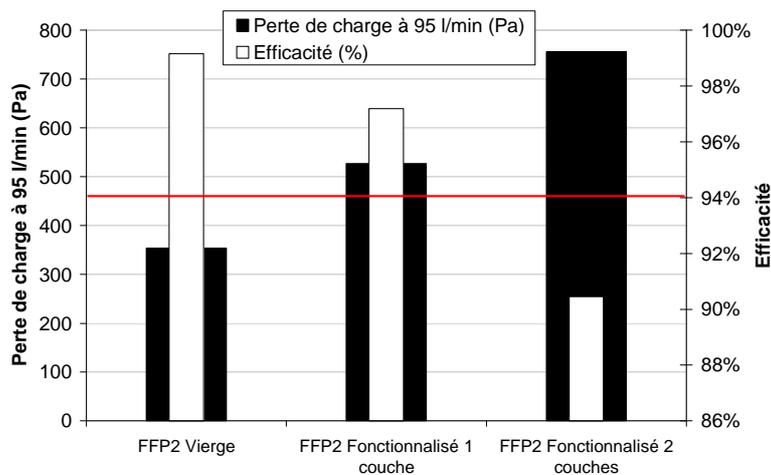


Figure II.13 - Influence d'une fonctionnalisation sur une ou deux couches de meltblown au sein d'un masque FFP2

Les résultats sont illustrés sur la Figure II.13, en comparaison aux résultats de l'échantillon vierge, il apparaît que plus le nombre de couches fonctionnalisées augmente plus les performances diminuent. En effet, après une couche fonctionnalisée, l'efficacité de filtration est maintenue au dessus du seuil mais la perte de charge est quant à elle trop élevée. Et pour deux couches, on perd à la fois le critère efficacité et perméabilité à l'air. Il semble donc que pour la propriété perte de charge, un enrobage des fibres par les molécules fonctionnelles soit l'explication la plus logique et confirmée par la microscopie électronique à balayage (Figure II.14). Pour l'efficacité, l'enrobage des fibres doit détruire la charge électrostatique, même si l'effet n'est pas visible sur la fonctionnalisation d'une couche car l'efficacité est tout de même assurée par l'ensemble des autres couches filtrantes.

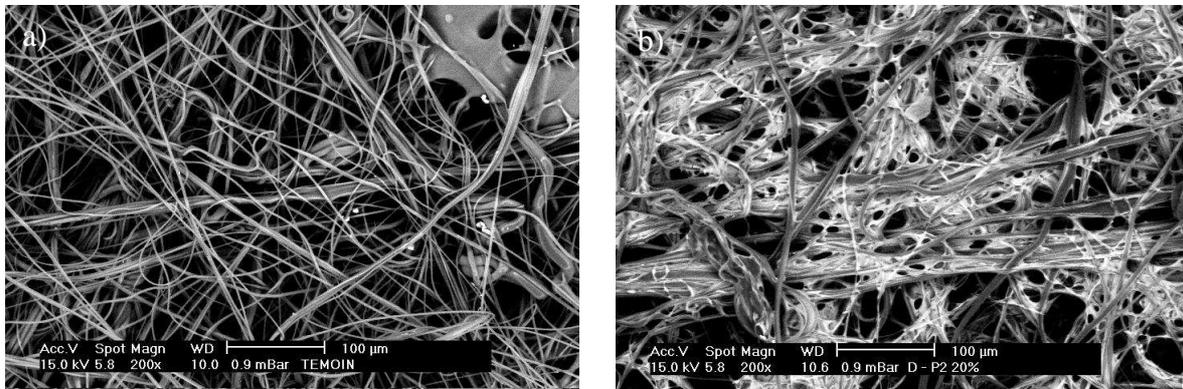


Figure II.14 - Modification de l'enrobage de fibres polypropylène sur du meltblown. a) Meltblown Vierge. b) Meltblown fonctionnalisé.

Ce résultat nous pousse donc à étudier et de développer des structures permettant d'éviter à la fois le problème des charges électrostatiques et de l'enrobage des fibres lors de la fonctionnalisation.

## **II.4. Mise en œuvre de fibres spéciales de type « segmenté »**

L'utilisation au cours de notre étude de fibres spéciales, de type bicomposantes segmentées ou creuses segmentées nous pousse à optimiser leurs mises en œuvres au travers des propriétés de filtration. Ces fibres nous garantiront, dans le cas d'une mise en œuvre idéale, d'obtenir des structures filtrantes avec des diamètres de fibres inférieurs à 5  $\mu\text{m}$  tout en utilisant le procédé de fabrication cardage et la consolidation par hydroliage. Cette opération vise à séparer ou éclater les segments de fibres pour obtenir au final des fibrilles plus petites. L'objectif est d'identifier des paramètres process lié à l'hydroliage qui permettront l'éclatement et l'entremêlement des fibres. Les observations au MEB, les propriétés de filtration et les propriétés mécaniques nous permettront de juger de la qualité de l'éclatement des fibres et de leur répartition de surface. La mise en œuvre de ces fibres nous permettra d'étudier dans le chapitre trois les relations propriétés/structure pour des fibres comprises entre 4 et 10  $\mu\text{m}$ .

### **II.4.1. Mise en œuvre de fibres bicomposantes segmentées**

Le but de cette étude est de mettre en œuvre une fibre bicomposante de type « segmenté » ou « pie-wedge » (PW) en anglais, dans le cadre d'une application en filtration de l'air. Les fibres bicomposantes pie-wedge nous permettent d'obtenir au final un diamètre de fibre théorique entre 4 et 5  $\mu\text{m}$ . Ce type de fibre a été présenté dans le premier chapitre. La mesure expérimentale du diamètre des fibres avant éclatement donne des résultats très proches des données fabricant avec un diamètre moyen de 20  $\mu\text{m}$  (Figure II.15).

La mesure par méthode microscopique électronique du diamètre équivalent des segments (sur une population prélevée de 100 fibres) donne une valeur moyenne de 4,7  $\mu\text{m}$  pour le PA6 et 4,4  $\mu\text{m}$  pour le PET. Ces diamètres seront obtenus au final dans le cas où nous séparons (éclatons) tous les segments des fibres lors de l'hydroliage.

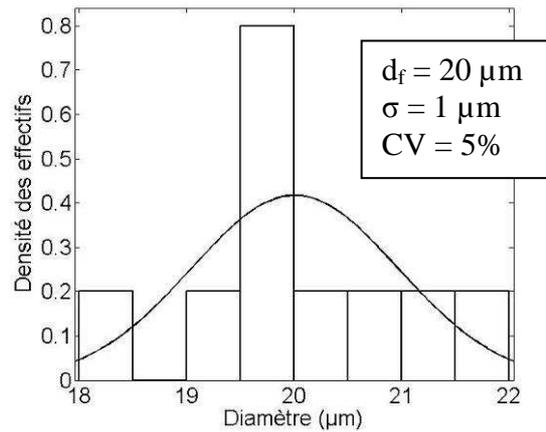


Figure II.15 - Distribution des fibres PW non éclatées sur 100 mesures.

L'enjeu se situe au niveau de l'éclatement et de l'entremêlement des fibres lors de l'opération de consolidation par hydroliage. La pression, l'orientation des lames, le nombre de passages et la densité de jets d'eau sont les paramètres qui modifient l'éclatement. Les configurations sont évaluées au travers des propriétés de filtration, des images MEB, du taux d'éclatement des fibres et de la résistance mécanique. La masse surfacique visée après le pré-aiguilletage est de 160 g/m<sup>2</sup> et le banc de filtration utilisé est celui avec l'aérosol liquide. Nous avons sélectionné cette masse surfacique car lors de premiers essais sur cette fibre, avec des masses surfaciques plus élevées, les perméabilités à l'air obtenues étaient trop faibles pour être exploitées en filtration.

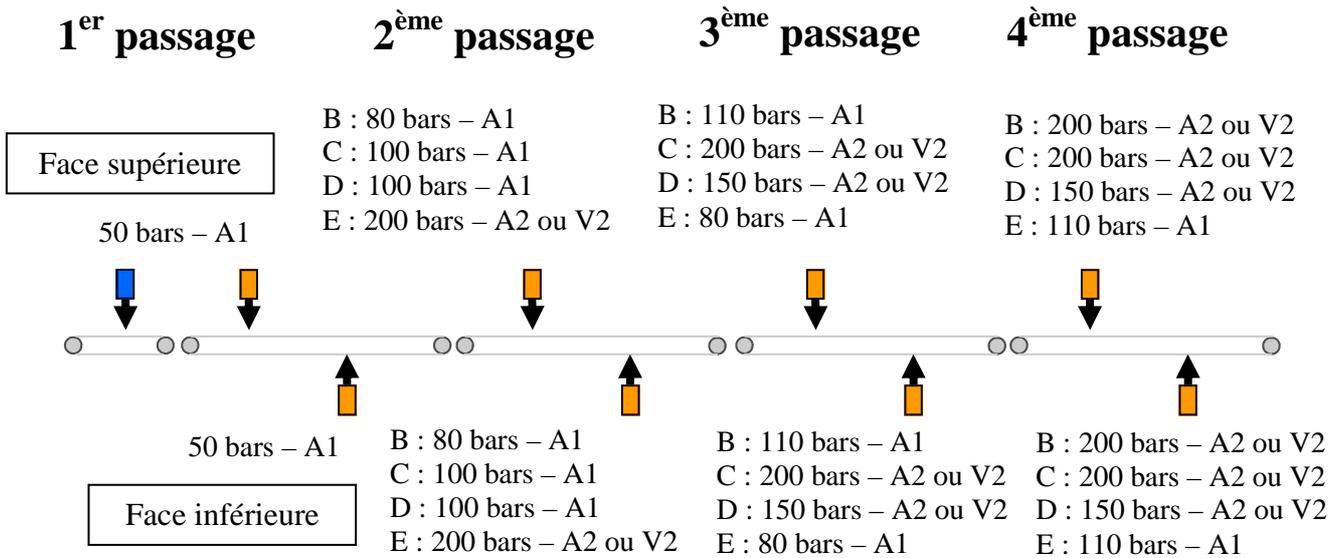
#### II.4.1.1. Matériel et Méthodes

##### Configurations d'hydroliage:

Afin d'observer l'influence des trois paramètres d'hydroliage cités ci-dessus et dans le chapitre I dans la mise en œuvre de fibres bicomposantes pie-wedge pour la filtration de l'air, nous proposons quatre configurations d'hydroliage faisant varier ces paramètres. Le résumé de ces configurations est disponible sur la Figure II.16. Avec, « V » pour cône vers le haut, « A » pour cône vers le bas, « 1 » pour les lames à 1 rangée et « 2 » pour les lames à deux rangées. Les échantillons produits sont en 100% pie-wedge.

La première étape est commune à toutes les configurations, elle sert à préparer le nontissé pré-consolidé à être soumis à des fortes pressions d'eau : A1. Pour la configuration B, le second

(B2) et troisième (B3) passages servent à entremêler les fibres à de faibles pressions en utilisant l'orientation cône-bas et des lames à une rangée et le quatrième passage est là pour éclater les fibres en testant l'orientation cône vers le bas ou vers le haut avec des lames à deux rangées. Pour les configurations C et D, on entremêle d'abord les fibres à 100 bars avec l'orientation du cône vers le bas et des lames à une rangée puis on effectue deux passages d'éclatement de fibres (200 bars pour le C et 150 bars pour le D) avec une orientation cône-bas ou cône haut et des lames à deux rangées.



*Figure II.16 - Schématisation des quatre configurations d'hydroliage utilisées pour éclater les fibres pie-wedge.*

Enfin, pour la dernière configuration, on éclate d'abord les fibres au 2<sup>ème</sup> passage (E2), avec l'orientation cône-bas et des lames à deux rangées et on entremêle les fibres éclatées aux 3<sup>èmes</sup> et 4<sup>èmes</sup> passages avec les buses orientées vers le bas et une rangée de buses. A noter que l'hydroliage se fait des deux côtés du nontissé.

Energie spécifique d'hydroliage :

La consommation d'énergie spécifique  $E_h$  (kJ/kg) est définie comme l'énergie utilisée lors de la fabrication par unité de masse de nontissé. Elle s'exprime avec la relation suivante comme étant le ratio entre la puissance d'un jet d'eau et la masse de produit hydrolié par unité de temps [24]:

$$E_h = \frac{1}{bGV} \times \frac{C_d \pi \sqrt{2}}{4\sqrt{\rho}} \times \sum_{i=1}^N n_i \times \lambda_i \times d_i^2 \times P_i^{3/2} \tag{II.3}$$

Avec  $b$ , la laize du produit,  $G$  est la masse surfacique du voile ( $\text{g/m}^2$ ),  $V$  est la vitesse de la ligne ( $\text{m/s}$ ),  $P_i$  est la pression des jets d'eau pour  $i$  injecteurs ( $\text{Pa}$ ),  $C_d$  est le coefficient de décharge des buses (0,92 pour la configuration cône-haut et 0,62 pour la configuration cône-bas [25]  $\rho$  est la masse volumique de l'eau ( $\text{g/m}^3$ ),  $n_i$  est le nombre de buses par unité de largeur sur  $i$  injecteurs ( $\text{m}^{-1}$ ),  $\lambda_i$  est la largeur des  $i$  injecteurs ( $\text{m}$ ),  $d_i$  est le diamètre des trous (0,128 mm pour 1 rangée et 0,1 et 0,15 mm pour 2 rangées) sur  $i$  injecteurs. La somme indique que l'énergie spécifique totale est cumulée pour  $N$  passages d'injecteurs. Les pertes d'énergie dans les pompes et l'aspiration d'eau sont négligées.

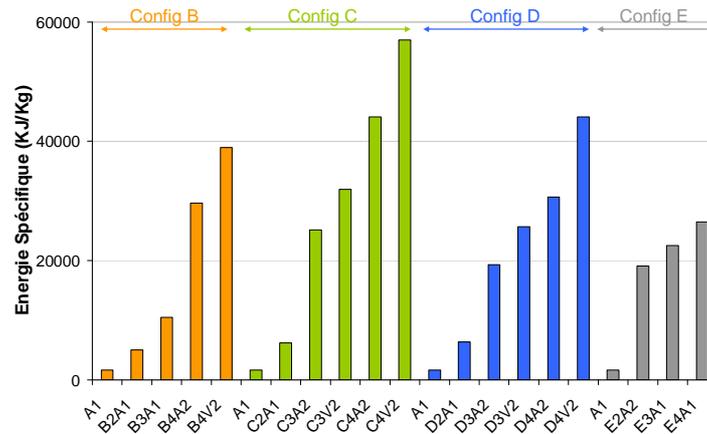


Figure II.17 - Energie spécifique consommée sur les nontissés produits en fonction des différentes configurations.

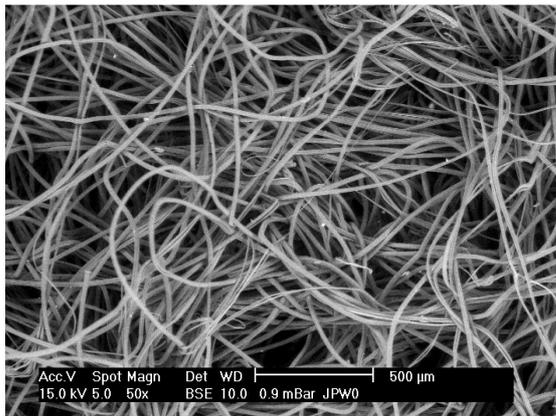
La Figure II.17 montre l'énergie spécifique consommée pour tous les nontissés produits. On remarque que la configuration cône-haut consomme le plus d'énergie notamment dû au coefficient de décharge plus élevé. De même les configurations avec deux rangées utilisent plus d'énergies qu'à une rangée. La configuration C utilise le plus d'énergie contrairement à la configuration E.

#### II.4.1.2. Résultats et discussions

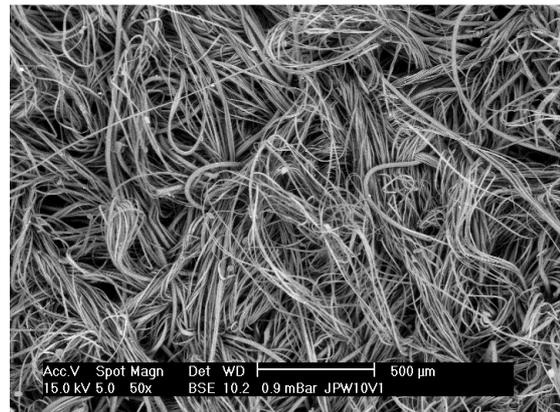
##### Images MEB :

A partir des images sur microscope électronique, nous pouvons observer l'influence de la pression et de la géométrie des buses.

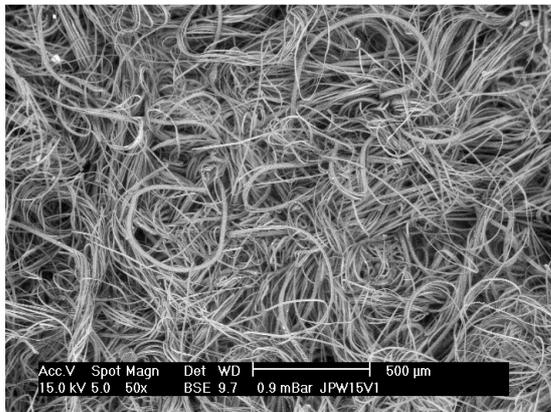
La Figure II.18 montre quatre images prises pour quatre pressions différentes avec un seul passage : 50 – 100 – 150 – 200 bars. Le nombre de rangée (1) ainsi que la géométrie des buses (V) sont restés identiques pour chaque image afin d'éviter l'effet d'un de ces paramètres. On constate une augmentation de la densité de fibres avec la pression, due à un meilleur éclatement des fibres lorsque la pression augmente. Ce résultat est confirmé par la littérature [26, 27, 28, 29], où la pression des jets d'eau s'inscrit comme l'un des paramètres les plus pertinents à l'éclatement. On voit que les fibres semblent s'orienter dans le sens machine principalement dans le cas de 200 bars (sens des flèches).



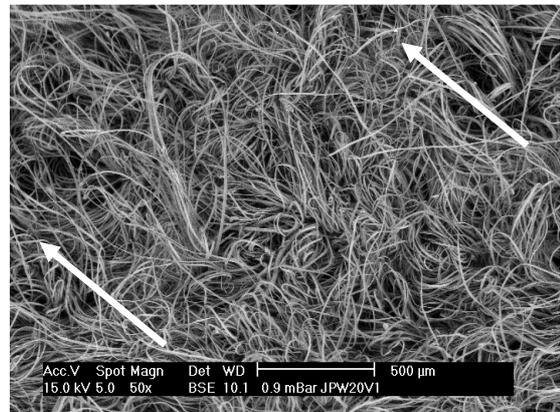
(a) – 50 bars



(b) – 100 bars



(c) – 150 bars



(d) – 200 bars

*Figure II.18 - Observation MEB de l'influence de la pression des jets d'eau pour un même échantillon*

A 200 bars, on a l'impression que toutes les fibres sont éclatées en surface ; cependant si l'on regarde la vue en coupe de la Figure II.19, on peut voir que dans le milieu plusieurs fibres ne sont pas éclatées. Il apparaît donc qu'un seul passage même à la pression maximale n'est pas suffisant pour éclater toutes les fibres.

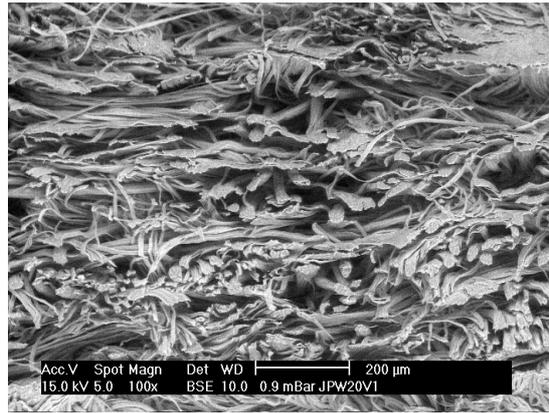
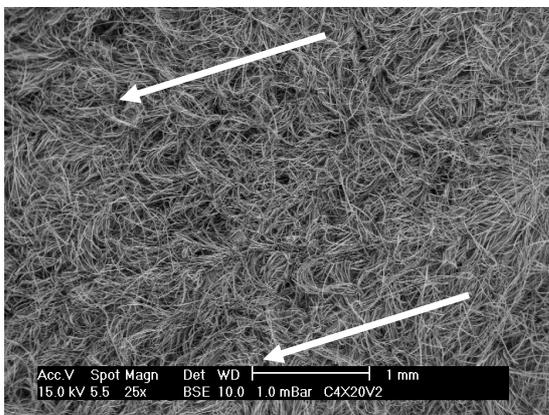
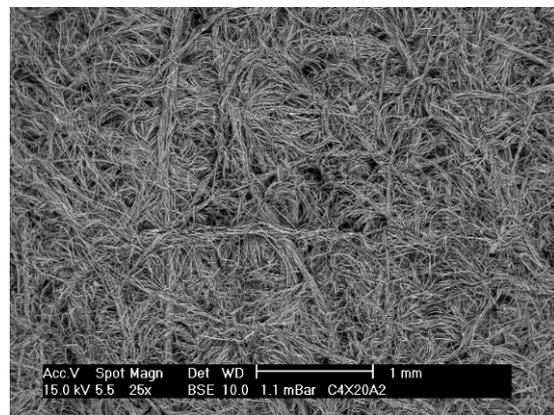


Figure II.19 - Vue en coupe d'un nontissé hydrolié une fois à 200 bars

La Figure II.20 présente pour la configuration C (200 bars et 4 passages) deux images MEB d'un échantillon obtenu dans le premier cas avec les cônes de buses vers le haut (V2) et dans l'autre cas avec les cônes de buses vers le bas (A2). Tout d'abord on observe que dans les deux cas, toutes les fibres semblent éclatées en surface. Cependant dans le cas a), les fibres sont orientées dans le sens machine (symbolisé par les flèches) alors que dans le cas b), des fibres se sont enroulées autour d'autres fibres empêchant ainsi une répartition de fibres homogène en surface.



(a) – 200 bars / V2 / 4<sup>ème</sup> passage



(b) – 200 bars / A2 / 4<sup>ème</sup> passage

Figure II.20 - Images MEB de l'influence de la géométrie des buses sur l'éclatement et la répartition des fibres

Cet effet d'enroulement est confirmé par les travaux de J. Dugan et al. qui expliquent qu'une hétérogénéité de surface est un mauvais critère en filtration [30]. L'orientation et la répartition des fibres en surface peuvent avoir pour conséquence d'améliorer la perméabilité à l'air au détriment de l'efficacité [31].

Influence des configurations d'hydroliage sur les caractéristiques structurales :

La Figure II.21 nous montre l'évolution de l'épaisseur et de la compacité en fonction des différentes configurations d'hydroliage.

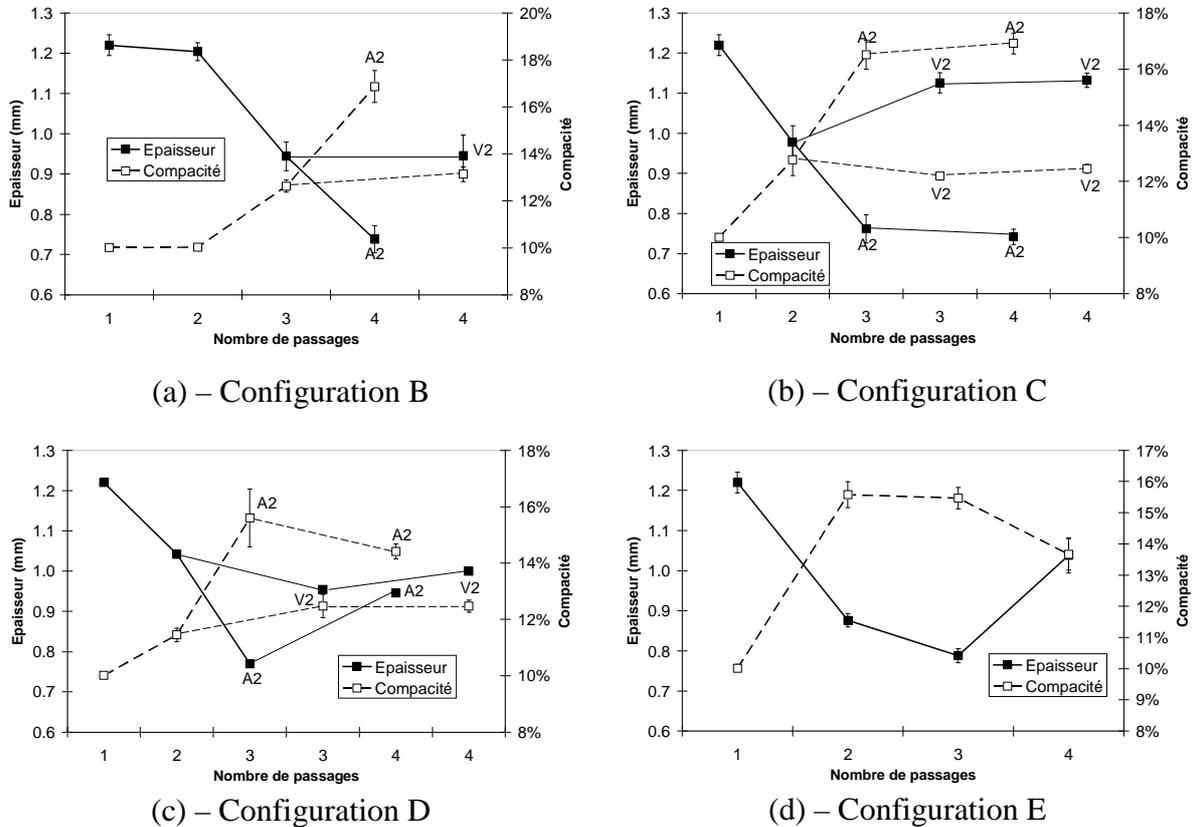


Figure II.21 - Evolution de l'épaisseur et de la compacité en fonction des différentes configurations d'hydroliage.

On voit que lorsque les cônes sont vers le haut, les résultats donnent une épaisseur plus élevée avec le nombre de passages et en conséquence une plus faible compacité. On peut voir que cette dernière reste constante dans le cas des configurations C et D en dépit du nombre de passage dans le cas des cônes vers le haut.

Deux éléments peuvent expliquer ce résultat, avec tout d'abord les travaux de Pourdeyhimi et al. [32, 33, 34], qui montrent que dans le cas du cône vers le haut, l'énergie cinétique d'hydroliage n'est pas transmise dans son intégralité au nontissé à cause de la vaporisation du jet à la sortie de l'injecteur, pour des pressions supérieures à 140 bars. L'autre élément de réponse peut être le rétrécissement de la largeur du nontissé après plusieurs passages avec un allongement du voile.

Dans le cas des cônes vers le bas, comme attendu, augmenter la pression et le nombre de passage diminue l'épaisseur et augmente la compacité.

Influence des configurations d'hydroliage sur les propriétés de filtration :

La Figure II.22 présente l'évolution de la perméabilité à l'air et de l'efficacité de filtration en fonction des différentes configurations d'hydroliage.

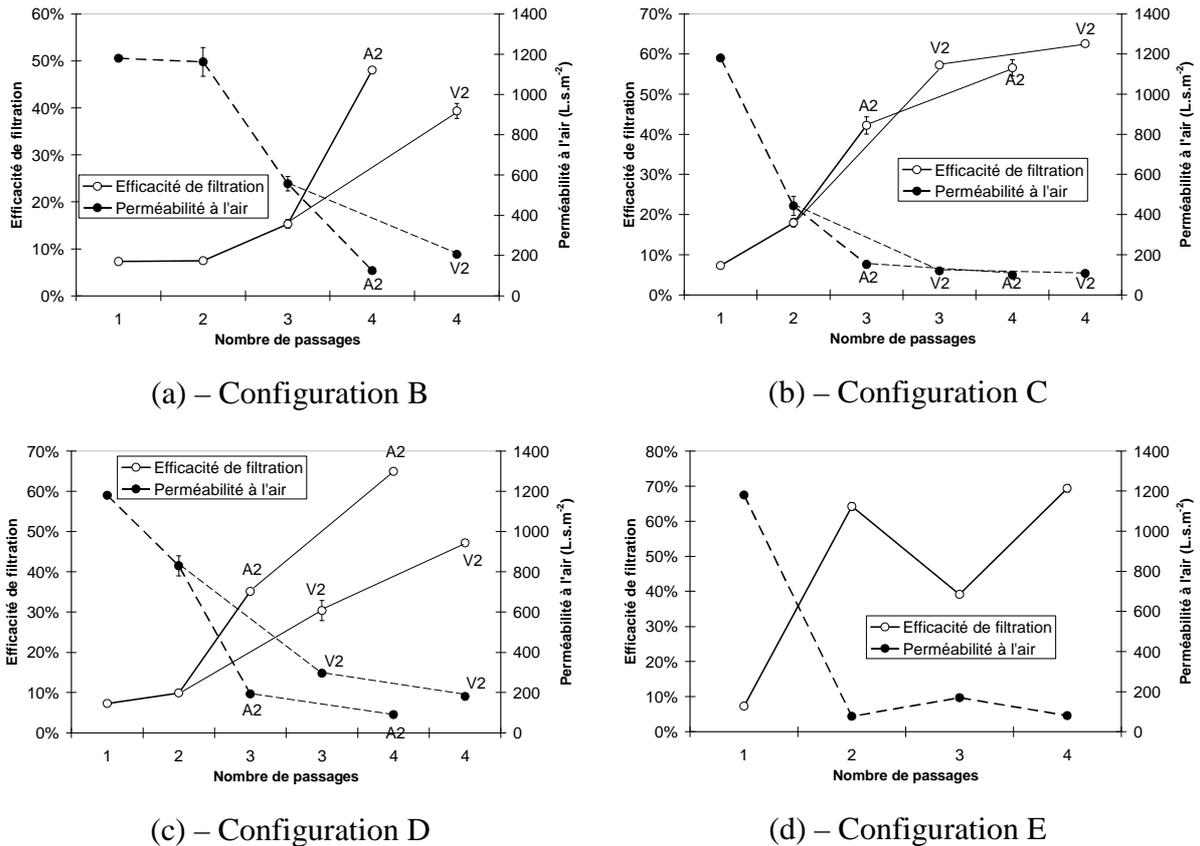


Figure II.22 - Evolution des propriétés de filtration des échantillons selon les configurations d'hydroliage.

Dans les deux cas de géométrie des buses, augmenter la pression et le nombre de passage améliore l'efficacité au détriment de la perméabilité à l'air. Pour les configurations B et D, l'efficacité de filtration est meilleure avec les cônes vers le bas et inversement la perméabilité à l'air est meilleure avec les configurations où les cônes sont orientés vers le haut. Pour la configuration C, le résultat est très intéressant car l'efficacité et la perméabilité sont meilleures dans le cas des cônes vers le haut. Pour la configuration E, le résultat est surprenant pour le troisième passage avec une efficacité qui chute pour se retrouver au quatrième passage fortement élevée.

Influence des configurations d'hydroliage sur le facteur de qualité et le taux d'éclatement des fibres :

Afin d'évaluer d'un point de vue filtration les différents produits obtenus, nous allons utiliser le facteur de qualité défini dans le chapitre 1 par l'équation I.29.

Pour calculer le taux d'éclatement moyen des fibres, nous allons proposer deux méthodes que l'on ne trouve pas dans la littérature et qui s'avèrent plus simples et plus représentatives que des méthodes d'analyse classique comme la mesure par images MEB et le calcul du diamètre par un logiciel d'analyse d'image [26, 27].

La première méthode se base sur l'équation de Davies [35] qui permet de prédire la perte de charge d'un milieu poreux comme les nontissés à l'aide de leurs caractéristiques structurales. A partir des résultats expérimentaux de perte de charge, on peut revenir au diamètre de fibres moyen à l'aide de l'expression suivante issue de l'équation I.4 :

$$d_{f_{Davies}} = 2 * \sqrt{\frac{\mu \times U_f \times Z \times 10^{-3} \times 16 \times \alpha^{(3/2)} (1 + 56 \times \alpha^3)}{\Delta P}} \quad (II.4)$$

La deuxième méthode est basée sur un modèle d'efficacité de filtration appelé « LRG » composé des contributions de Liu, Rubow et Gougeon [36]. Ce modèle sera plus amplement décrit dans le chapitre 5 dédié à la modélisation. A l'aide des résultats expérimentaux d'efficacité, on peut exprimer le diamètre moyen des fibres en fonction de l'efficacité de filtration par la relation suivante issu de l'équation I.28 :

$$d_{f_{LRG}} = - \frac{\ln(1 - E) \times \pi(1 - \alpha)}{4 \times \alpha \times \eta \times Z} \quad (II.5)$$

Après avoir obtenu les diamètres moyens de fibres à partir des deux méthodes, on peut calculer le titre moyen en dTex à partir de l'équation suivante :

$$T_{th} = \frac{\pi}{4} \times d_f^2 \times \rho_{PW} \times 10^{-2} \quad (II.6)$$

Avec  $T_{th}$  le titre théorique obtenu en dTex,  $d_f$  le diamètre de fibres moyen calculé précédemment en  $\mu\text{m}$  et  $\rho_{PW}$  la masse volumique des fibres pie-wedge en  $\text{g/m}^3$ .

Enfin à partir du titre théorique après éclatement on peut calculer le taux d'éclatement en % à partir du titre théorique avant éclatement :

$$x = \frac{\frac{T_{PW} \times T_{PA} \times T_{PET}}{T_{th}} - T_{PA} \times T_{PET}}{\frac{T_{PW} \times T_{PET}}{2} + \frac{T_{PA} \times T_{PW}}{2} - T_{PA} \times T_{PET}} \quad (II.7)$$

Avec  $T_{PW}$  le titre des fibres pie-wedge non-éclatées (dTex),  $T_{PA}$  le titre d'un segment de fibre en polyamide (dTex) et  $T_{PET}$  le titre d'un segment de polyester (dTex).

La Figure II.23 nous montre l'évolution du facteur de qualité et du taux d'éclatement (calculé à partir des valeurs de perte de charge) en fonction des différentes configurations d'hydroliage. On voit que pour les configurations C, D et E, le taux d'éclatement de fibres dépasse les 75%. Avec de façon générale un taux d'éclatement supérieur pour une orientation en « A » sauf dans le cas de la configuration C. Le fait d'être loin des 100% d'éclatement peut nous confirmer ce que nous avons observé au MEB, à savoir que les fibres sont bien éclatées en surface mais qu'à l'intérieur de la structure, des fibres restent non-éclatées.

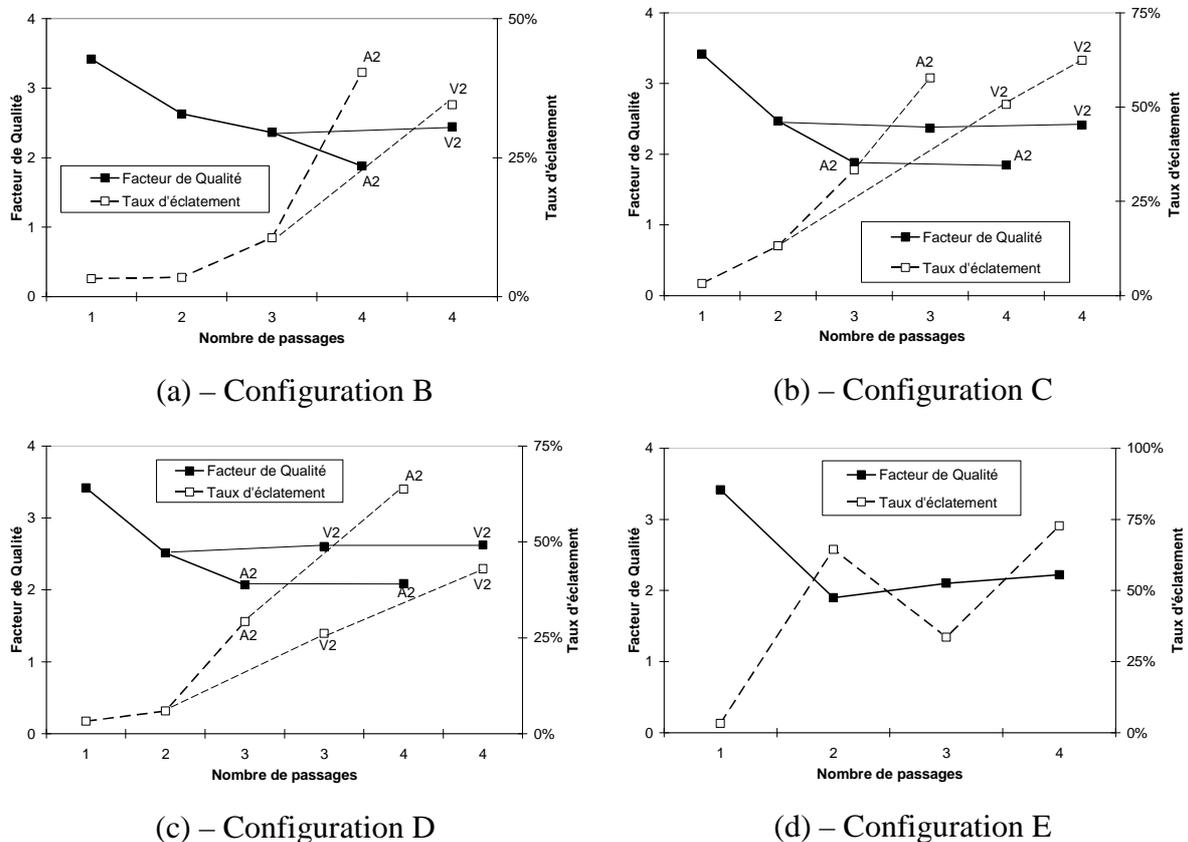


Figure II.23 - Evolution du facteur de qualité et du taux d'éclatement en fonction des différentes configurations d'hydroliage

Le facteur de qualité présente de meilleurs résultats dans le cas d'une configuration avec les cônes vers le haut. Ce résultat confirme ce que nous avons observé pour les images MEB et les propriétés de filtration.

La structure est plus homogène dans ce cas et favorise l'écoulement de l'air autour des fibres et l'efficacité de filtration est assurée par une densité et une répartition de fibres en surface bien meilleures que dans le cas des cônes vers le bas.

Influence des configurations d'hydroliage sur les propriétés mécaniques :

La Figure II.24 nous montre l'influence des configurations d'hydroliage sur la contrainte de rupture en traction des nontissés. On voit qu'augmenter le nombre de passages augmente la résistance du matériau en sens MD notamment. Pour les configurations B, C et E les passages à 200 bars permettent de réorienter les fibres en sens machine, et explique l'écart qui se creuse entre les performances MD et CD. Cette réorientation des fibres avait déjà été observée par les images MEB. Des travaux similaires de Seyam et al. [37] ont montré que passer plusieurs fois le nontissé en hydroliage favorisait l'orientation dans le sens de production. Il semble toutefois nécessaire d'aller jusqu'à 200 bars pour obtenir cette répartition car pour la configuration D à 150 bars le matériau semble plus isotrope avec des propriétés mécaniques équivalentes en sens MD et CD. L'écart de résistance entre MD et CD annonce une désolidarisation des fibres, phénomène déjà expliqué par les travaux d'Anantharamaiah et al. [38]. Ces travaux montrent qu'à partir d'une certaine quantité d'énergie reçue, la mobilité des fibres est perdue face à la trop grande consolidation de la structure. Il semble donc que l'on atteigne ce cas pour des passages à 200 bars.

On note aussi que les configurations avec le cône vers le haut sont moins résistantes qu'avec le cône vers le bas, avec cependant une énergie spécifique plus importante. Le phénomène peut donc être expliqué soit par les travaux d'Anantaramaiah expliqués ci-dessus ou par le fait que les pertes d'énergie dues à la géométrie de la buse soient trop importantes à la sortie de l'injecteur.

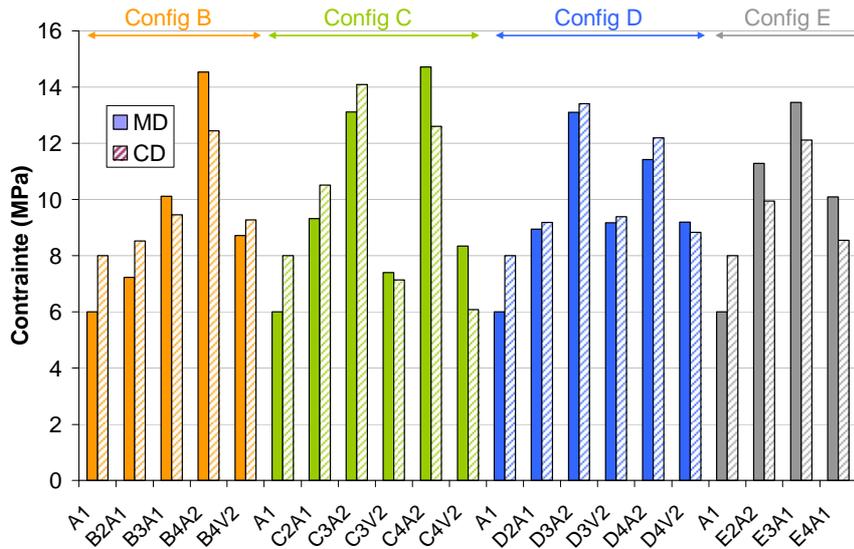


Figure II.24 - Influence des configurations d'hydrolyse sur la contrainte des matériaux en sens machine (MD) et travers (CD).

### II.4.1.3. Conclusion de l'étude

Ces essais nous ont permis d'atteindre des diamètres de fibres moyens compris entre 15 et 4  $\mu\text{m}$  et une compacité variant de 10 à 16%. La géométrie des buses en « V » nous permet de conserver une compacité assez faible et une perméabilité à l'air relativement élevée sans pour autant affecter le critère efficacité. Elle offre de moins bonnes propriétés mécaniques que la géométrie des buses en « A » sûrement à cause des pertes énergétiques de pression d'eau et donc un enchevêtrement des fibres plus faible. La prochaine étude porte sur la mise en œuvre de fibres bicomposantes segmentées creuses (Hollow Pie-Wedge) qui théoriquement nous permettent d'obtenir des fibres de 4  $\mu\text{m}$ .

### II.4.2. Mise en œuvre de fibres bicomposantes segmentées creuses

L'objectif est similaire à celui des fibres pie-wedge, la différence ici est le diamètre final théorique d'un segment qui serait de 4,3  $\mu\text{m}$  mais surtout la nature des polymères, ici du Polypropylène (50%) et du Polyéthylène (50%) qui peuvent être chargés électrostatiquement comme dans un filtre électret. La Figure II.25 montre la distribution du diamètre des fibres HPW non-éclatées. La moyenne de 21  $\mu\text{m}$  est beaucoup plus élevée que le diamètre théorique fourni par le fabricant qui est de 17  $\mu\text{m}$ . La mesure au microscope des segments nous montre que le résultat de diamètre final est plus élevé que prévu avec un diamètre mesuré sur les

segments PP de 6,5  $\mu\text{m}$  et de 5  $\mu\text{m}$  sur les segments PE. Nous devons en tenir compte dans nos mesures.

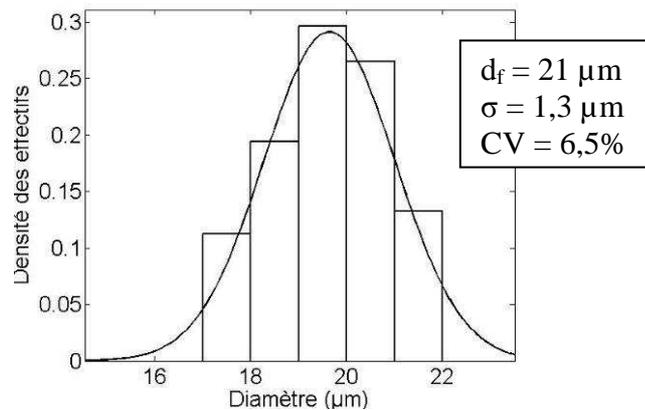


Figure II.25 - Distribution du diamètre des fibres HPW non-éclatées

L'enjeu se situe toujours au niveau de l'éclatement des fibres, de leur entremêlement lors de la consolidation par hydroliage. La pression et le nombre de rangées seront investigués pour cette étude sachant que les essais précédents sur les pie-wedge ont montré l'intérêt d'utiliser une orientation des cônes vers le haut « V ». La masse surfacique visée après le pré-aiguilletage est cette-fois compris entre 100 et 110  $\text{g}/\text{m}^2$  afin d'avoir plus de marge concernant le critère perméabilité à l'air.

#### II.4.2.1. Paramètres d'hydroliage

##### Pression des jets d'eau :

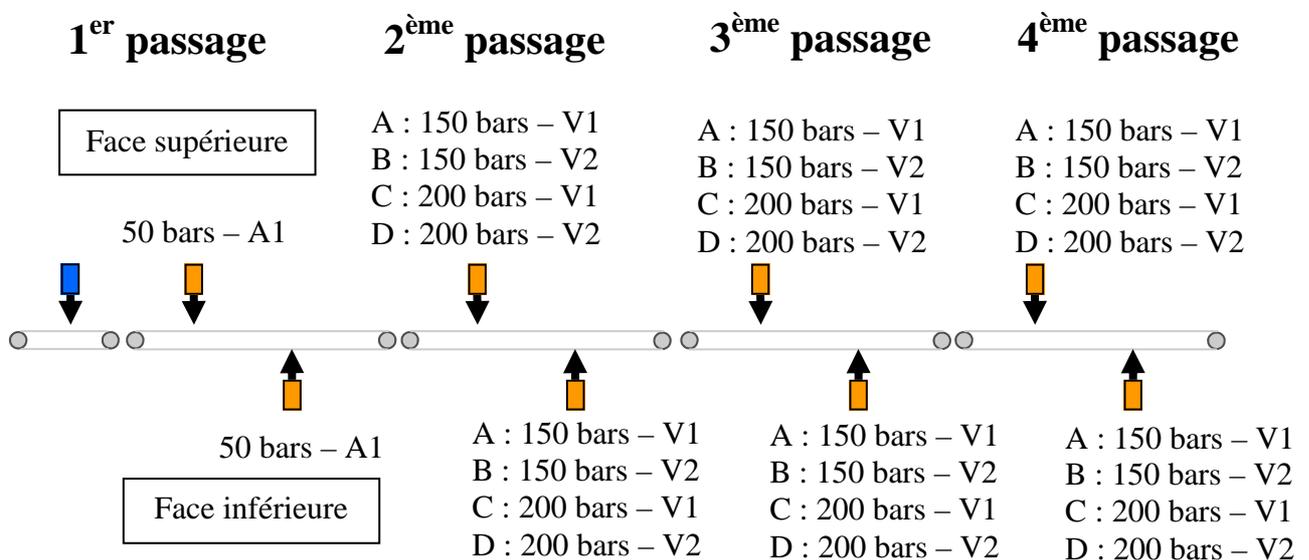
Comme auparavant, la pression utilisée pour produire les nontissés varie de 50 à 200 bars. La pression de 50 bars est utilisée pour préparer la matière, une sorte de pré-hydroliage, afin de ne pas dégrader la structure avec les fortes pressions.

##### Densité de jets d'eau :

La précédente étude ne nous avait pas permise d'identifier l'intérêt d'utiliser une ou deux rangées de buses sur les lames d'hydroliage. Cette fois ci nous nous intéresserons à ce critère. Les lames utilisées restent inchangées par rapport à l'étude précédente.

Configurations d'hydroliage :

Le résumé des configurations est disponible sur la Figure II.26. Nous avons utilisé quatre configurations différentes avec deux pressions 150 et 200 bars et 1 ou 2 rangées de buses. Des échantillons sont prélevés à chaque passage pour chaque configuration afin d'observer l'évolution des propriétés. La configuration A est composée de quatre passages avec les trois derniers à 150 bars avec des lames à une rangée. La configuration B sera identique à la A avec cette fois-ci des lames à deux rangées. La configuration C est composée de quatre passages avec les trois derniers à 200 bars avec des lames à une rangée. La configuration D sera identique à la C avec des lames à deux rangées. Le premier passage est commun à toutes les configurations.



*Figure II.26 - Configurations d'hydroliage utilisées pour la mise en œuvre des fibres hollow pie-wedge*

Energie spécifique d'hydroliage :

Sur la Figure II.27, sont présentés les calculs théoriques de l'énergie spécifique d'hydroliage sur les échantillons hollow pie-wedge.

On remarque que l'énergie apportée par les lames à deux rangées est plus importante que pour les lames à une rangée. Notamment car le nombre de buses par centimètre est plus important. De même par rapport aux échantillons pie-wedge, l'énergie apportée sur ces échantillons est plus grande notamment à cause de la masse surfacique plus faible associée à des pressions élevées sur plus de passages.

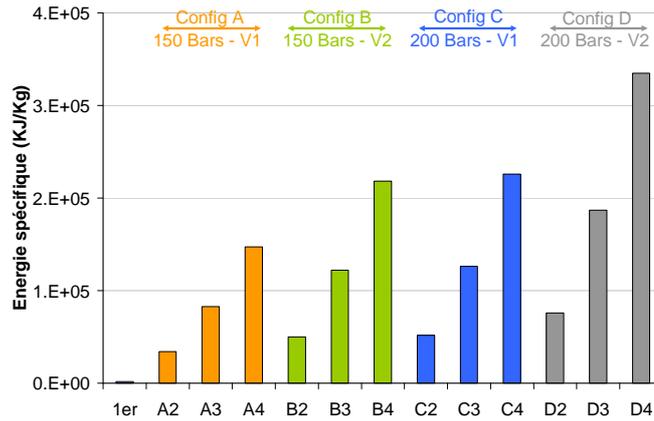


Figure II.27 - Energie spécifique d'hydroliage calculée sur les échantillons hollow pie-wedge

### II.4.2.2. Résultats et discussions

Images MEB :

La Figure II.28 présente les résultats des images prises au microscope électronique à balayage pour les quatre configurations à leur dernier passage.

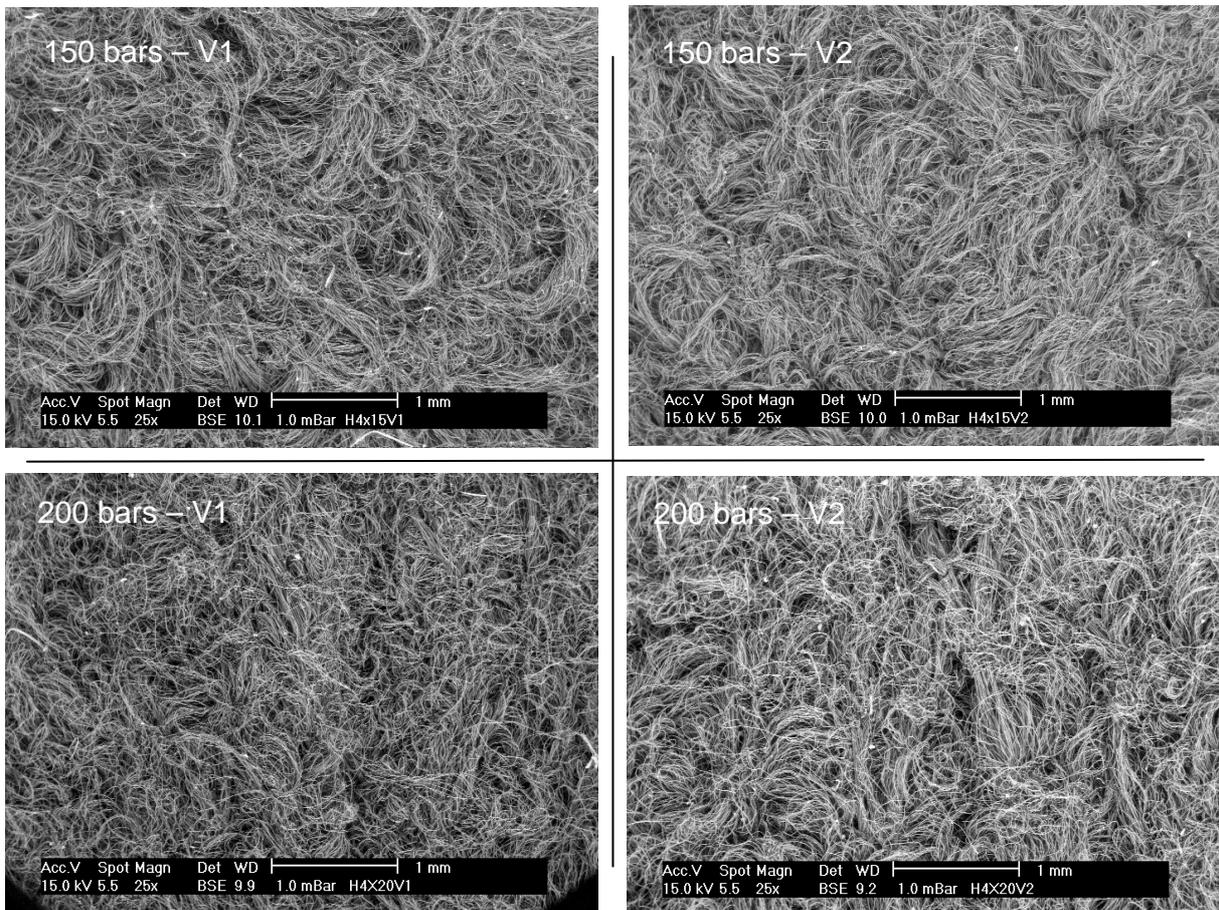
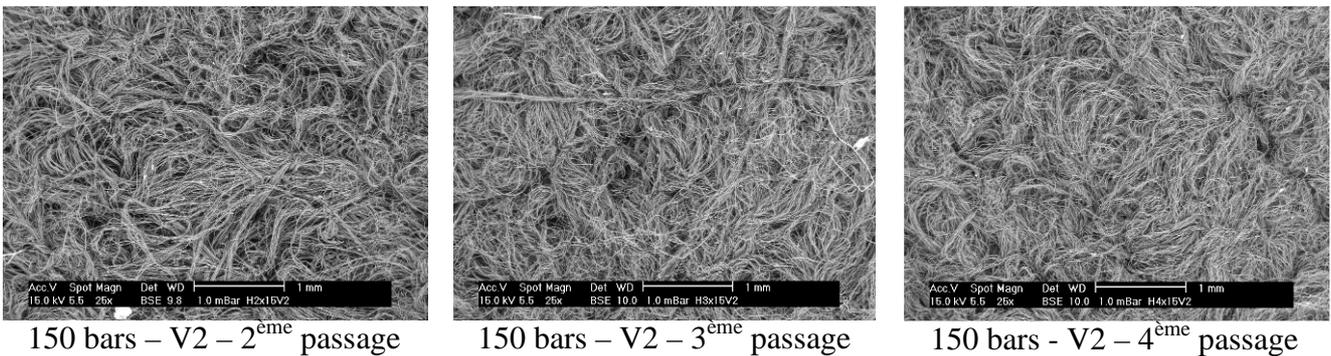


Figure II.28 - Observation MEB au 4ème passage des quatre configurations

On remarque que l'éclatement semble plus important pour l'échantillon à 200 bars en « V1 », mais de façon générale, toutes les fibres apparaissent comme éclatées en surface. La répartition des fibres et leur densité est plus faible que sur les échantillons pie-wedge. Peut-être est-ce dû soit à la masse surfacique plus faible ou alors à un éclatement partiel.

La Figure II.29 montre des images MEB de l'influence du nombre de passage sur l'éclatement des fibres hollow pie-wedge.

La densité de fibres augmente avec le nombre de passages, ce qui indique que l'éclatement est de plus en plus important. Toutefois, par rapport aux essais sur les pie-wedge, certaines fibres semblent agglomérées et mal réparties, ce qui confirme les observations vues précédemment. Le mauvais entremêlement des fibres visible peut être dû à la nature du polymère. En effet, les fibres sont composées à 50/50 de polyéthylène (PE) et polypropylène (PP), deux polymères hydrophobes. Il est connu que pour favoriser un bon entremêlement, les fibres doivent être hydrophiles, afin de favoriser la pénétration de l'eau dans la structure [39, 40].



*Figure II.29 - Influence du nombre de passage sur l'éclatement des fibres hollow pie-wedge*

Influence des configurations d'hydroliage sur les caractéristiques structurales :

La Figure II.30 nous montre l'évolution de l'épaisseur et de la compacité en fonction des différentes configurations d'hydroliage. On remarque que quelle que soit la pression utilisée, lorsque les lames ont une rangée, la compacité est plus élevée à cause de l'épaisseur plus faible. Cela veut dire que l'on a plus écrasé le nontissé avec des lames à une rangée.

Pourtant on a vu que l'énergie spécifique était plus élevée pour des lames à deux rangées. Cependant la force d'impact sur les fibres est différente car les lames n'ont pas les mêmes types de buses.

Le retrait en largeur avec conservation de la masse surfacique (ce qui implique un allongement de la matière) peut expliquer que l'épaisseur soit quasi-constante avec l'évolution du nombre de passages. On retiendra donc que pour avoir une compacité plus faible les lames à deux rangées sont plus appropriées.

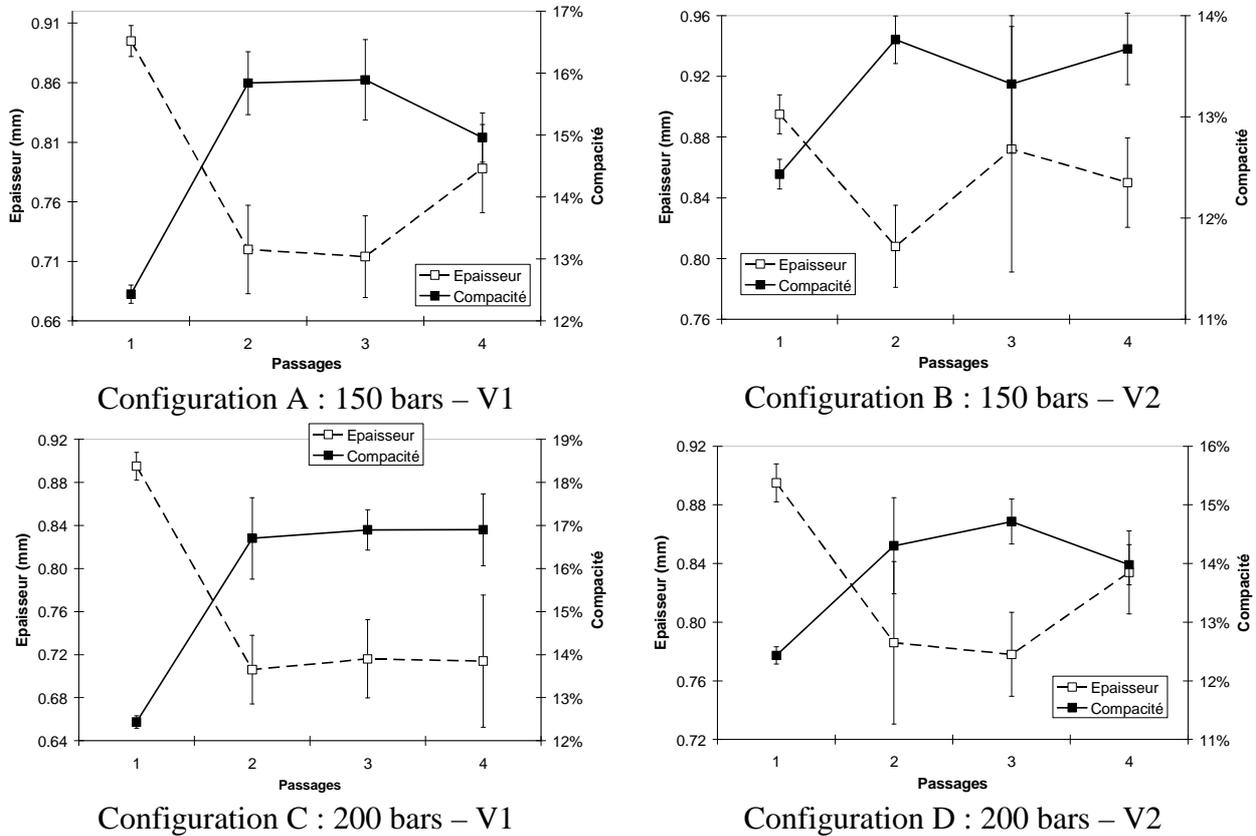


Figure II.30 - Evolution de l'épaisseur et de la compacité en fonction des différentes configurations d'hydroliage

Influence des configurations d'hydroliage sur les propriétés de filtration :

La Figure II.31 présente les résultats de filtration en fonction des différentes configurations d'hydroliage. Lors de ces essais, nous avons remarqué que la fibre de polypropylène se chargeait électrostatiquement à cause des effets de frottements lors de la fabrication. Les essais de filtration ont été faits en déchargeant les nontissés avec de l'isopropanol.

La perméabilité à l'air est meilleure pour les configurations utilisant des lames à deux rangées de buses. La perméabilité à l'air obtenue sur les différentes structures reste tout de même supérieure à l'objectif de 100 l/m<sup>2</sup>/s fixé dans notre cahier des charges.

En ce qui concerne l'efficacité, les produits à une rangée sont plus efficaces. Cependant l'efficacité de filtration ne dépasse guère les 50% pour la dernière configuration à 200 bars en V1.

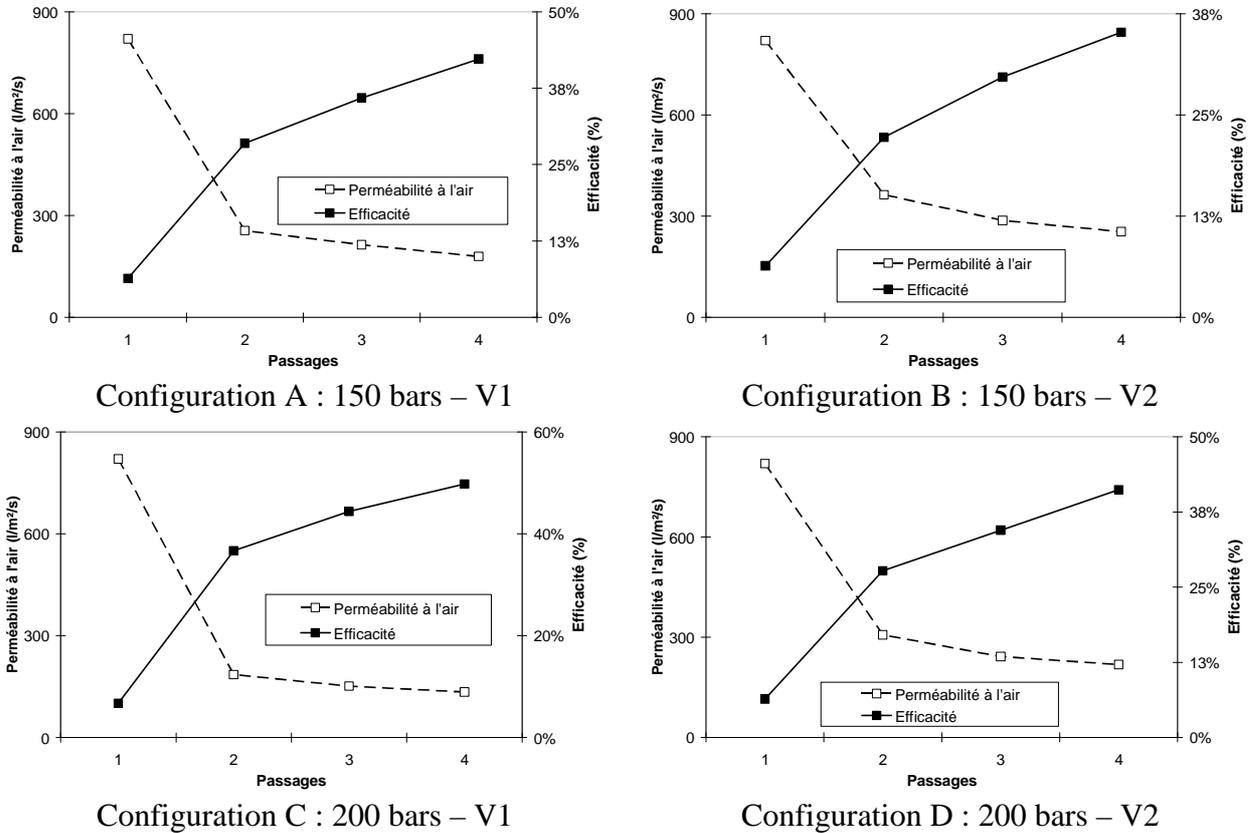


Figure II.31 - Evolution des propriétés de filtration des échantillons selon les configurations d'hydroliage sans charges électrostatiques.

Voyant ces résultats d'efficacité nous avons décidé de charger par effet triboélectrique en frottant les échantillons sur un tissu en laine afin d'observer le gain d'efficacité possible avec une charge. Ces résultats sont montrés sur la Figure II.32 où l'on observe un gain d'efficacité compris entre 20 et 30%.

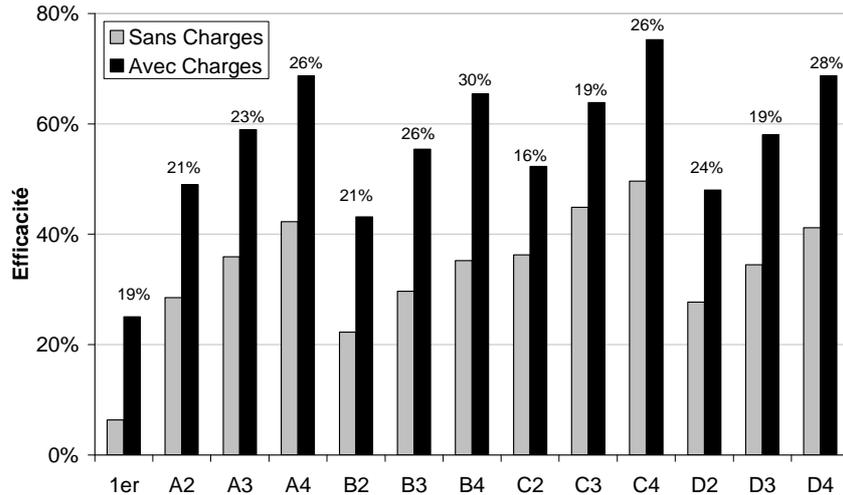


Figure II.32 - Influence de la charge triboélectrique sur l'efficacité de filtration des échantillons hollow pie-wedge

Influence des configurations d'hydroliage sur le facteur de qualité et le taux d'éclatement des fibres :

Sur la Figure II.33 sont présentés les résultats de taux d'éclatement et de facteur de qualité. Comme sur les fibres pie-wedge, augmenter le nombre de passages d'hydroliage augmente le taux d'éclatement. Si l'on s'intéresse au nombre de rangées, il semble qu'avec une rangée on éclate plus vite les fibres qu'avec deux rangées. Concernant le taux d'éclatement, il est aussi élevé qu'avec les fibres pie-wedge pourtant nous avons apporté plus d'énergie. Cela confirme la difficulté de la fibre à l'hydroliage à cause de son caractère hydrophobe qui referme la structure et empêche l'eau de pénétrer.

Une autre explication de la difficulté de l'eau à pénétrer au sein de la structure pourrait être l'élimination progressive de l'ensimage des fibres qui ne jouerait plus son rôle.

Si l'on regarde le facteur de qualité, il augmente avec le nombre de passage. Ce résultat est très différent de celui obtenu avec les fibres pie-wedge qui au fil des configurations diminuaient le facteur de qualité. On remarque notamment que le résultat est meilleur avec des lames de deux rangées quelle que soit la pression exercée. Ce résultat confirme la tendance observée sur la Figure II.31 avec un meilleur compromis efficacité/perméabilité à l'air pour les échantillons développés avec des lames deux rangées. La géométrie des fibres est sûrement un des arguments en faveur de ces résultats encourageants. En effet, la forme de section des fibres, plus proche de celle d'un cercle par rapport aux fibres pie-wedge, permet

d'améliorer l'écoulement de l'air car il y a moins de résistance par rapport à une forme plus compactable comme le triangle.

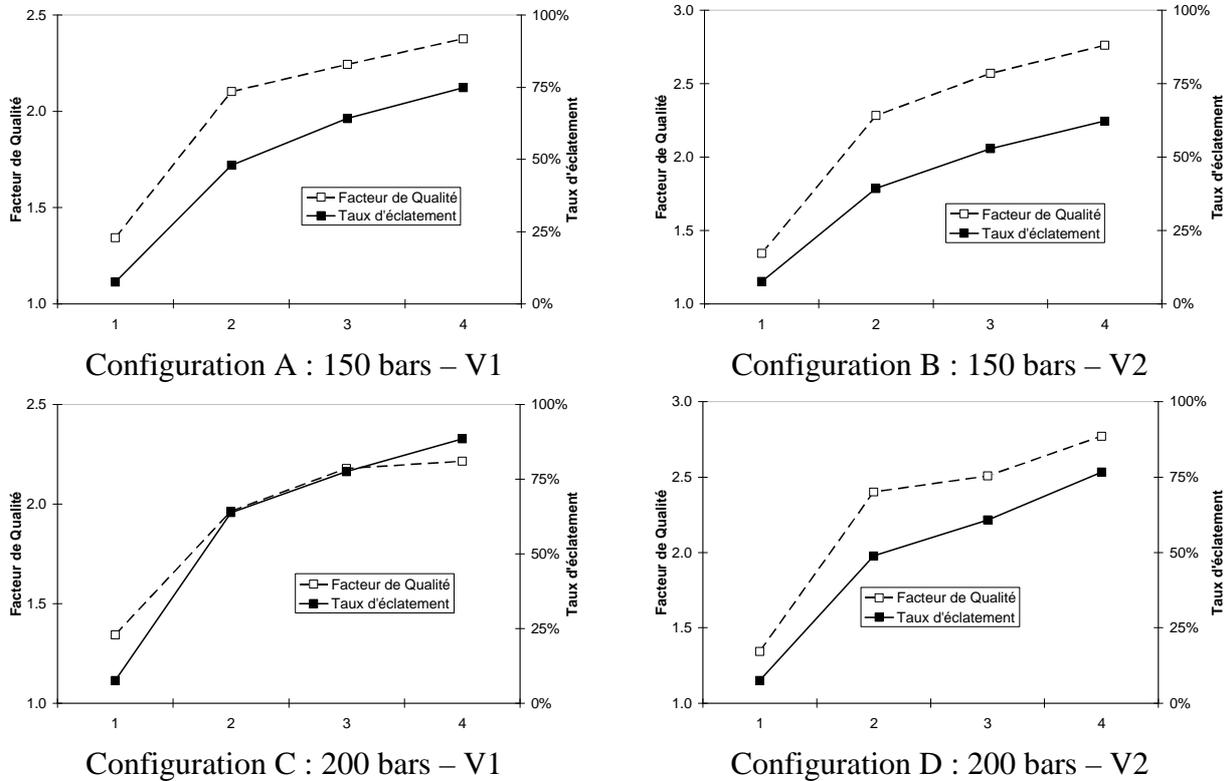


Figure II.33 - Evolution du taux d'éclatement des fibres et du facteur de qualité en fonction des configurations d'hydroliage

### II.4.2.3. Conclusion de l'étude

Ces essais nous ont permis d'atteindre des diamètres de fibres moyens compris entre 14 et 6  $\mu\text{m}$  et une compacité variant de 12 à 16%. Les résultats ont montré des conclusions similaires aucus des fibres pie-wedge relativement au nombre de passages et à l'énergie apportée sur le nontissé, à savoir l'augmentation de l'éclatement des fibres. L'utilisation des lames à deux rangées offre un meilleur compromis efficacité/perméabilité à l'air. La possibilité de charger les fibres PP par effet triboélectrique sur une peau en laine a permis d'augmenter l'efficacité de filtration de 20 à 30% sans diminuer la perméabilité à l'air.

## II.5. Conclusion

L'étude de masques respiratoires apporte des informations sur des caractéristiques structurelles nécessaires à l'obtention de l'efficacité de filtration de 94% et de la perte de charge inférieure à 400 Pa. Bien sûr, la présence de charges électrostatiques vient aider à ce résultat mais nous avons montré qu'elles se dissipent si on veut appliquer un traitement de fonctionnalisation. Les diamètres de fibres sont inférieurs à 5  $\mu\text{m}$  mais avec une dispersion importante, caractéristique des produits meltblown.

La mise en œuvre de nontissés avec des fibres segmentées montre que les paramètres d'hydroliage tiennent une place importante dans l'éclatement et la répartition des fibres. L'orientation des lames en « V » permet d'obtenir un facteur de qualité plus intéressant que l'orientation en « A ». L'augmentation de pression augmente l'éclatement des fibres mais compacte plus le matériau. Le nombre de rangées permet d'obtenir un compromis entre les propriétés de filtration plus intéressant avec des lames à deux rangées. Les photos au MEB nous ont montré que l'éclatement se réalise plutôt en surface et qu'au cœur des échantillons, beaucoup de fibres restaient intactes.

L'utilisation de modèles de filtration nous a permis d'estimer un taux d'éclatement et un diamètre moyen de fibres. Bien sûr, cela reste théorique mais nous pensons que c'est un bon moyen d'estimation, peut-être plus précis en termes de résultat par rapport à une mesure au MEB. En effet, les tests d'efficacité filtration ou de perméabilité à l'air sont nécessaires au résultat et tiennent compte d'une surface d'échantillon plus significative qu'en microscopie. Les résultats ont montré que pour certains échantillons, nous arrivons en dessous de 5  $\mu\text{m}$  pour le diamètre des fibres, donc en équivalence avec le meltblown. Mais, le procédé de fabrication cardage/hydroliage nous permet d'avoir des propriétés plus homogènes que sur du meltblown sur des épaisseurs assez faibles, de l'ordre du millimètre. Grâce à une charge triboélectrique, nous avons pu charger les fibres bicomposantes creuses segmentées et augmenter l'efficacité de 20 à 30% sans diminuer la perméabilité à l'air.

Le chapitre trois traite des relations entre caractéristiques structurelles et propriétés de filtration. Ce chapitre constitue le cœur de notre étude car nous allons développer des échantillons spécifiques pour chaque paramètre étudié. La finalité de ce chapitre sera d'améliorer notre compréhension des mécanismes de filtration de l'air par des nontissés.

## Références Bibliographiques

- 
- [1] X. Normand, *Nontissés - La recherche du compromis* – (2003), L'industrie textile, n°1353, Juillet-Aout.
- [2] X. Normand, *Process nontissés – Plus vite, moins cher, plus de polyvalence* – (2004), L'industrie textile, n°1358, Janvier-Février.
- [3] G. Rideal, *Filtration : The marketplace* – (2005), Filtration + Separation, September.
- [4] V. Lorentz, *Membrane – Like high efficiency spunlaced filtermedia* – (2008), Proceedings of Filtrex 2008.
- [5] J. Dugan, *Critical Factors in Engineering Segmented Bicomponent Fibers for Specific End Uses* – (1999), Fiber Innovation Technology, Inc.
- [6] J. Hagewood, *Ultra microfibers : Beyond Evolution* – (1999), Hills, Inc.
- [7] R. R. Hedge, A. Dahiya, M. G. Kamath, *Bicomponent fibers* – (2004), <http://web.utk.edu/~mse/pages/Textiles/Bicomponent%20fibers.htm>
- [8] J. Dungan, *Splittable multicomponent fibers containing a polyacrylonitrile polymer component* – (2002), United States Patent: 6,444,312 B1.
- [9] Watzl A., *Microfibers* – (2008), Asian Textile Business, [http://findarticles.com/p/articles/mi\\_qa5358/is\\_200308/ai\\_n21335122](http://findarticles.com/p/articles/mi_qa5358/is_200308/ai_n21335122)
- [10] Norme ISO 9073-1, *Textiles-Test Methods for nonwovens-Determination of mass per unit area* – (1989).
- [11] Norme EDANA WSP 120.1, *Standard test method for thickness of nonwoven fabrics* – (2007).
- [12] Norme ISO 9237, *Determination of the permeability of fabrics to air* – (1995).
- [13] D. Thomas, P. Contal, V. Renaudin, P. Penicot, D. Leclerc and J.Vendel, *Modelling pressure drop in HEPA filters during dynamic filtration* – (1999), Journal of Aerosol Science, Vol. 30, pp. 235–246.
- [14] Norme EDANA WSP 110.4, *Standard test method for breaking force and elongation of nonwoven materials (Strip Method)* – (2007).
- [15] J. Swiatek, J. Jarzbowski, J. Cichon, *Investigation of fibre diameter distribution in non-woven textiles for medical applications in meltblown polyester technology* – (2008), FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe, vol.16 no. 3.

- [16] R.R. Bresee, U.A. Qureshi, *Influence of process conditions on meltblown web structure. Part IV – Fiber Diameter* – (2006), Journal of Engineered Fibers and Fabrics, Vol.1, Issue 1.
- [17] P. Heikkilä, A.Sipilä, M. Peltola, A. Harlin, A. Taipale, *Electrospun PA-66 Coating on Textile Surfaces* – (2007), Textile Research Journal, Vol. 77, pp. 864 – 870.
- [18] Y. Otani, H. Emi, and J. Mori, *Initial collection efficiency of electret filter and its durability for solid and liquid particles* – (1993), KONA Powder and Particle, vol. 11, pp. 207-214.
- [19] E. Motyl, B. Lowkis, *Effect of air humidity on charge decay and lifetime of PP electret nonwovens* – (2006), Fibres & Textiles in Eastern Europe, vol. 14, pp. 39-42, December/January.
- [20] A. Mishra, *Studies of polymer electrets III. Charge decay behavior in polar polymer homoelectrets* – (1982), Journal of Applied Polymer Science, vol. 27, pp. 1967-1975.
- [21] A.F. Miguel, *Effect of air humidity on the evolution of permeability and performance of a fibrous filter during loading with hygroscopic and non-hygroscopic particles* – (2003), Journal of Aerosol Science, vol. 34, pp. 783-799.
- [22] L. W. Barrett, A. D. Rousseau, *Aerosol loading performance of electret filter media* – (1998), American Industrial Hygiene Association Journal, 59, 532 – 539.
- [23] A. Mohan, *Effect of organic solvent exposure on electret filtration* – (2005), Thesis North Carolinate State University, USA.
- [24] E. Ghassemieh, M. Acar, H. K. Versteeg, *Improvement of energy transfer in the hydroentanglement process* – (2001), Composites Science and Technology, 61: 1681 – 1694.
- [25] E. Ghassemieh, H. K. Versteeg, M. Acar, *Effect of nozzle geometry on the flow characteristics of hydroentangling jets* – (2003), Textile Research Journal, 73: 444 – 450.
- [26] M. S. Ndaró, X. Jin, T. Chen, C. Yu, *Splitting of Island-in-the-Sea Fibers (PA6/COPET) during hydroentangling of nonwovens* – (2007), Journal of Engineered Fibers and Fabrics, Volume 2, Issue 4.
- [27] R.H. Gong, A. Nikoukhesal, *Properties of segment-pie bi-component nonwovens* – (2007), Proceedings of the 4th International Conference on Advanced Fiber/Textile Materials 2007 in UEDA.
- [28] D. Zhang, C.Sun, H. Song, *An investigation of fiber splitting of bicomponent meltblown/microfiber nonwovens by water treatment* – (2004), Journal of Applied Polymer Science, 94: 1218 – 1226.
- [29] C. Sun, D. Zhang, Y. Liu, R. Xiao, *Preliminary study on fiber splitting of bicomponent meltblown fibers* – (2004), Journal of Applied Polymer Science, 93: 2090 – 2094.

- [30] J. Dugan, E. Homonoff, *Synthetic split microfiber technology for filtration* – (2002), Fiber Innovation Technologies, Inc.
- [31] G.G. Chase, V. Beniwal, C. Venkataraman, *Measurement of uni-axial fiber angle in non-woven fibrous media* – (2000), Chemical and Engineering Science, vol. 55 issue 12.
- [32] N. Anantharamaiah, H. V. Tafreshi, B. Pourdeyhimi, *A study on flow through hydroentangling nozzle and their degradation* – (2006), Chemical Engineering Science, 61: 4582 – 4594.
- [33] H. Vahedi Tafreshi, B. Pourdeyhimi, R. Holmes, D. Shiffler, *Simulating and characterizing water flows inside hydroentangling orifices* – (2003), Textile Research Journal, 73: 256 – 262.
- [34] A. Begenir, *The role of orifice design in hydroentanglement* – (2002), Master Thesis, Raleigh, North Carolina, USA.
- [35] C.N. Davies, *Filtration of aerosols* – (1983), Journal of Aerosol Science, vol. 14, pp. 147-161.
- [36] T. Frising, *Etude de la filtration des aerosols liquides et de mélanges d'aérosols liquides et solides* – (2004), PhD Thesis, Nancy, France.
- [37] A.M. Seyam, D.A. Schiffler, *An examination of hydroentanglement process variables* – (2005), International Nonwoven Journal, Spring.
- [38] N. Anantharamaiah, S. Verenich, B. Pourdeyhimi – (2008), *Durable nonwoven fabrics via fracturing bicomponent islands-in-the-sea filaments*, Journal of Engineered Fibers and Fabrics, Vol. 3, Issue 3.
- [39] M. G. Kamath, A. Dahiya, R. R. Hegde, *Spunlace (Hydroentanglement)* – (2004), <http://www.engr.utk.edu/mse/pages/Textiles/Spunlace.htm> - Accédé en Mai 2009.
- [40] B. Pourdeyhimi, A. Minton, *Structure-Process property relationship in hydroentangled nonwovens – Part I: Preliminary experimental observation* – (2004), International Nonwoven Journal, Winter.

**Chapitre III – Etude des relations entre les propriétés de filtration et les caractéristiques structurelles des médias filtrants**



# Chapitre III. Etude des relations entre les propriétés de filtration et les caractéristiques structurelles des médias filtrants

## Introduction

Cette thèse traite du développement de nouveaux nontissés filtrants apportant des propriétés intéressantes en termes d'efficacité et de perméabilité à l'air. Afin de comprendre les relations qui peuvent exister entre la structure du matériau et les propriétés recherchées, nous allons faire varier plusieurs paramètres du nontissé (NT) qui se sont révélés comme pertinents lors de notre étude bibliographique. Notamment, le diamètre des fibres, la compacité du nontissé, la forme de la section des fibres. Nous abordons également des mélanges de fibres où la propriété recherchée sera la synergie entre les différents types de fibres combinées. L'étude des interactions entre structures et propriétés nous permettra d'identifier des critères de choix pour le futur nontissé filtrant mais aussi d'avoir une base de données expérimentales pertinente pour le développement de modèles de filtration.

## III.1. Influence du diamètre des fibres et de la compacité du NT

### III.1.1. Etude sur fibres circulaires microniques en PET

Nous allons démarrer notre première étude par des paramètres reconnus essentiels, afin de se baser sur ces fondements et références faciles à analyser dans le cadre du développement de futurs échantillons plus complexes. En effet, nous allons faire varier deux paramètres, le diamètre des fibres et compacité, afin d'étudier une large gamme d'échantillons. Nous avons choisi le polyester qui reste avec le polypropylène le matériau polymère le plus utilisé dans la conception de nontissés filtrants [1].

#### III.1.1.1. Matériel et méthodes

Les nontissés sont développés sur la ligne cardé/nappé/pré-aiguilleté/hydrolié, présentée dans le chapitre 2. Les masses surfaciques visées en sortie de pré-aiguilletage sont 150, 250 et 350

g/m<sup>2</sup>. Concernant l'hydroliage, le pré-mouillage est à 2 bars et on consolide sur la face supérieure à 95 bars et la face inférieure à 175 bars. Le four utilisé pour sécher la matière est réglé sur 160°C et on utilise un compacteur, constitué de deux cylindres chauffants à 100°C, en dessous de la température de fusion du polymère, afin d'obtenir une épaisseur d'environ 1mm. Une série de cinq fibres polyester sont utilisées avec des diamètres équivalents allant de 10 à 30 µm. (Tableau III.1)

*Tableau III.1 – Liste des diamètres équivalents et des titres des fibres utilisées*

Fibre	A	B	C	D	E
Titre <sub>exp</sub> (dTex)	8,6	6,0	3,0	1,5	1,3
Diamètre <sub>exp</sub> (µm)	28,2	23,6	16,5	11,5	10,9
Ecart-Type (µm)	2,3	2,0	1,5	1	0,9
CV (%)	8,1	8,47	9,09	8,69	8,26
Titre <sub>théo</sub> (dTex) <sup>3</sup>	6,7	5,0	3,3	1,5	0,9
Diamètre <sub>théo</sub> (µm)	24,9	21,47	17,4	11,8	9,1
Ecart relatif <sub>théo/exp</sub> (%)	11,7	9,0	5,2	2,6	16,5

Les valeurs sont mesurées conformément à la méthode microscopique décrite dans le chapitre 2 avec 100 mesures. Les diamètres mesurés expérimentalement sont légèrement plus élevés que le diamètre théorique retrouvé à partir du titre (donnée fabricant) avec des variations pouvant aller de 2,6 à 16,5% par rapport aux données fournies par le fabricant. Cependant, la courbe de distribution du diamètre des fibres, avec pour exemple celle de la fibre A représentée sur la *Figure III.1*, nous montre une distribution se rapprochant d'une loi normale avec un coefficient de variation de 8,1%, plus faible que pour les produits meltblown. De façon générale, toutes les fibres présentées ont un coefficient de variation plus faible que les produits meltblown avec des valeurs situées entre 8 et 9%. En effet, l'un des avantages à utiliser le procédé voie sèche, est de pouvoir utiliser des fibres issues de monofilaments extrudés par filage, plus homogènes en diamètre. De cette façon, les produits obtenus au final auront a priori des propriétés plus homogènes.

<sup>3</sup> Données fabricants

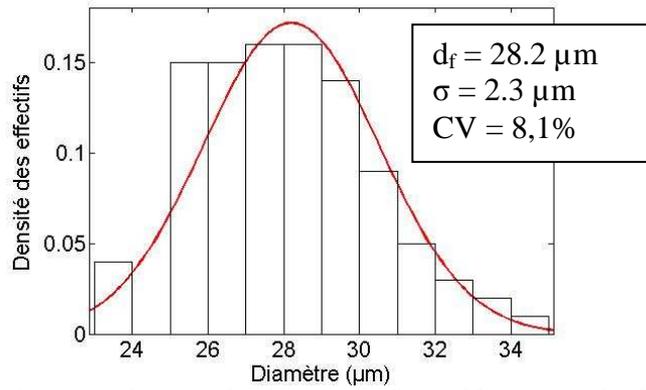


Figure III.1 - Distribution du diamètre d'une fibre PET de 6.7 dTex

Les caractéristiques structurelles des nontissés obtenues sont résumées dans le *Tableau III.2*. Le nombre associé à chaque lettre correspond à la masse surfacique visée au pré-aiguilletage : 1 : 150 – 2 : 250 - 3 : 350 g/m<sup>2</sup>. La longueur surfacique de fibres  $L$  représente la longueur totale cumulée de fibres par unité de surface de nontissé. A savoir que plus les fibres seront fines, plus la longueur surfacique sera importante. Elle est calculée à partir de la relation suivante :

$$L = \frac{G}{T} \times 10 \quad (\text{III.1})$$

Avec  $G$ , la masse surfacique en g/m<sup>2</sup> et  $T$  le titre en dTex.

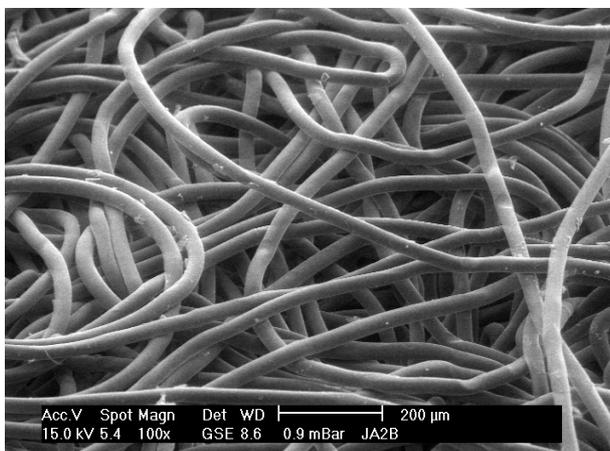
Tableau III.2 - Caractéristiques structurelles mesurées des nontissés produits

Référence	Masse surfacique visée g/m <sup>2</sup>	Diamètre fibres µm	Masse surfacique finale g/m <sup>2</sup>	Epaisseur µm	Compacité %	Longueur surfacique km/m <sup>2</sup>
A2	250	28,2 ± 2,3	216 ± 8	986 ± 21	15,9 ± 0,5	322
B2	250	23,6 ± 2,1	220 ± 6	1050 ± 20	15,2 ± 0,2	440
C1	150	16,5 ± 1,4	141 ± 4	600 ± 20	17,0 ± 0,4	427
C2	250	16,5 ± 1,4	215 ± 8	884 ± 23	17,7 ± 0,8	653
C3	350	16,5 ± 1,4	317 ± 12	1280 ± 30	17,9 ± 0,4	961
D1	150	11,5 ± 1,2	134 ± 6	500 ± 10	19,4 ± 0,4	893
D2	250	11,5 ± 1,2	210 ± 8	780 ± 32	19,5 ± 0,8	1397
D3	350	11,5 ± 1,2	314 ± 11	1090 ± 40	20,9 ± 0,8	2093
E1	150	10,9 ± 0,7	131 ± 4	510 ± 10	18,6 ± 0,5	1456
E2	250	10,9 ± 0,7	207 ± 7	776 ± 21	19,4 ± 0,4	2302
E3	350	10,9 ± 0,7	309 ± 10	1050 ± 30	21,3 ± 0,6	3433

On remarque que la masse surfacique finale est différente de la masse surfacique visée, cela est principalement dû au procédé d'hydroliage qui va avoir tendance à allonger le voile de

nontissé et donc diminuer la masse surfacique au final. Les écarts-types observés montrent des échantillons homogènes. Pour les échantillons avec les fibres A (28,2  $\mu\text{m}$ ) et B (23,6  $\mu\text{m}$ ), il nous a été impossible d'obtenir des masses surfaciques de 150 et 350  $\text{g}/\text{m}^2$ , car l'uniformité du voile était trop hétérogène. Enfin, on note que plus les fibres seront fines, plus la longueur surfacique sera importante à masse surfacique constante.

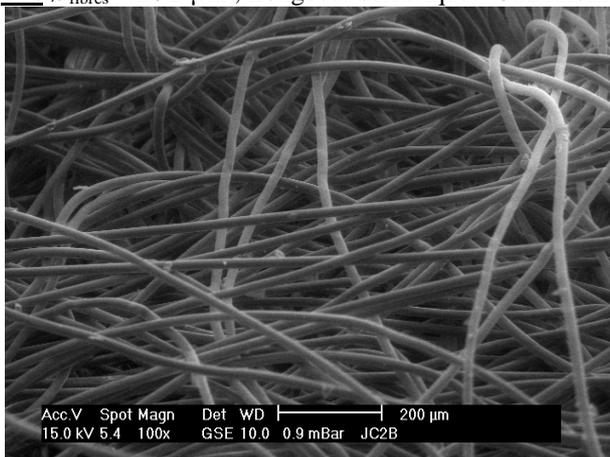
La Figure III.2 montre des images MEB de quatre nontissés produits à 250  $\text{g}/\text{m}^2$ . On observe que diminuer le diamètre des fibres augmente la longueur surfacique car pour une même masse surfacique on a plus de surface mais aussi de compacité du média filtrant car les fibres s'imbriquent plus entre-elles étant plus fines.



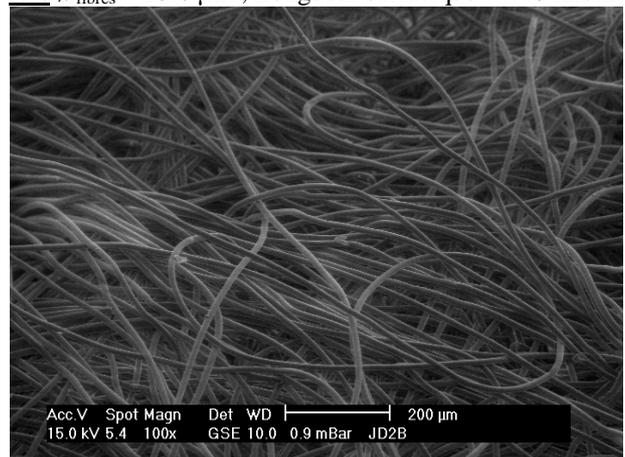
**A2:**  $\varnothing_{\text{fibres}} = 28.2 \mu\text{m}$  ; Longueur surfacique = 322  $\text{km}/\text{m}^2$



**B2:**  $\varnothing_{\text{fibres}} = 23.6 \mu\text{m}$  ; Longueur surfacique = 440  $\text{km}/\text{m}^2$



**C2:**  $\varnothing_{\text{fibres}} = 16.5 \mu\text{m}$  ; Longueur surfacique = 653  $\text{km}/\text{m}^2$



**D2:**  $\varnothing_{\text{fibres}} = 11.5 \mu\text{m}$  ; Longueur surfacique = 1397  $\text{km}/\text{m}^2$

Figure III.2 - Images MEB des structures nontissés avec 4 diamètres de fibres différents

Les propriétés de filtration sont mesurées avec le banc de filtration aérosols solides (fluorescéine) et le banc de filtration avec aérosols liquides (huile de paraffine) décrits dans le chapitre 2. La perméabilité à l'air est mesurée avec le perméabilimètre à air décrit dans le

chapitre 2. L'efficacité et la perméabilité à l'air dépendent fortement de l'épaisseur de l'échantillon. Ainsi, afin de comparer les différents échantillons, nous avons exprimé les résultats de filtration par rapport à une unité d'épaisseur. Le facteur de correction pour l'efficacité ( $\phi$ ) est déterminé par l'équation suivante obtenue à partir de l'équation I.28 :

$$\phi = \frac{-\ln(1-E)}{Z} \quad (\text{III.2})$$

L'efficacité corrigée ( $E^*$ ) est obtenue en remplaçant la valeur de  $\phi$  dans l'équation I.28 :

$$E^* = 1 - \exp(-\phi \times 1) \quad (\text{III.3})$$

Pour la perméabilité à l'air, la correction est simplement effectuée en divisant le résultat expérimental par la valeur de l'épaisseur en mm conformément à la loi de Darcy (I.6).

### III.1.1.2. Résultats et discussions

#### Diamètre des fibres :

Les propriétés de filtration obtenues sont résumées dans le *Tableau III.3*.

*Tableau III.3 - Propriétés de filtration des échantillons*

Référence	$E^*$ <sub>fluorescéine</sub> %	$E^*$ <sub>paraffine</sub> %	Perméabilité à l'air* l/m <sup>2</sup> /s
A2	12,50 ± 0,14	3,35 ± 0.04	1691 ± 77
B2	28,41 ± 3,54	3,15 ± 0.39	1499 ± 107
C1	28,60 ± 4,24	7,87 ± 1.17	779 ± 81
C2	45,39 ± 5,08	7,88 ± 0.93	662 ± 32
C3	56,29 ± 3,67	8,94 ± 0.58	663 ± 34
D1	66,65 ± 2,01	24,31 ± 0.73	264 ± 28
D2	70,99 ± 6,42	23,79 ± 0.55	257 ± 19
D3	73,76 ± 2,88	26,02 ± 1.02	194 ± 7
E1	70,15 ± 9,49	34,33 ± 4.64	185 ± 17
E2	83,09 ± 2,13	36,03 ± 0.81	172 ± 3
E3	83,97 ± 1,26	36,57 ± 0.55	131 ± 8

Les valeurs d'efficacité, qu'elles soient obtenues sur l'aérosol solide ou liquide, couvrent une large gamme, allant de 12,50 à 84% pour la fluorescéine et 3,15 à 36,57% pour l'huile de paraffine. De même, la perméabilité à l'air varie de 131 à 1691 l/m<sup>2</sup>/s selon le diamètre de fibre utilisé. Les écarts-types semblent plus importants avec le banc de test d'efficacité

aérosol solide que liquide sûrement à cause du nombre de manipulations supplémentaires induisant des incertitudes de mesures plus grandes.

La Figure III.3 montre l'efficacité de filtration corrigée en fonction de la perméabilité à l'air pour tous les échantillons développés.

On voit que la perméabilité à l'air varie inversement à l'efficacité, ce qui reste cohérent avec la littérature [2, 3]. La tendance est très marquée pour le cas de la mesure avec l'huile de paraffine tandis qu'avec la fluorescéine, il apparaît, notamment dans le cas des fibres de 16,5  $\mu\text{m}$  que pour une même perméabilité à l'air, on a une meilleure efficacité. Cela peut être dû aux écart-types de la mesure ou encore à des compacités différentes entre ces échantillons. Les valeurs d'efficacité sont plus faibles pour l'aérosol liquide que solide, cela peut s'expliquer par le fait que les vitesses de filtration utilisées étaient différentes, plus faibles dans le cas de l'aérosol solide mais aussi par le diamètre moyen des particules et enfin par la nature de la particule, plus pénétrante lorsqu'elle est liquide.

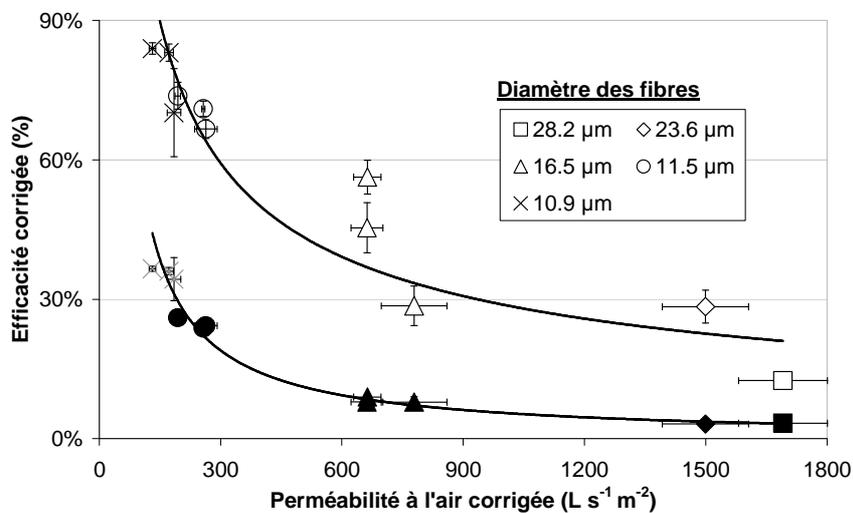


Figure III.3 - Efficacité corrigée en fonction de la perméabilité à l'air corrigée. En noir, les résultats avec l'huile de paraffine et en blanc les résultats avec la fluorescéine.

Sur la Figure III.4, est représentée l'efficacité corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres pour les deux bancs de tests. De façon générale, l'efficacité de filtration augmente lorsque la finesse des fibres diminue quelque soit l'aérosol utilisé, comme nous avons vu dans la littérature [4]. En effet, on a plus de fibres donc le flux d'air transportant des particules va rencontrer plus de fibres et augmentera la probabilité d'impact de ces dernières.

Il est intéressant de montrer que dans les deux cas, par exemple entre la fibre 16,5 et 11,5  $\mu\text{m}$  pour une même longueur surfacique, la seconde a une meilleure efficacité de filtration. Cela peut s'expliquer par des valeurs de compacité différentes.

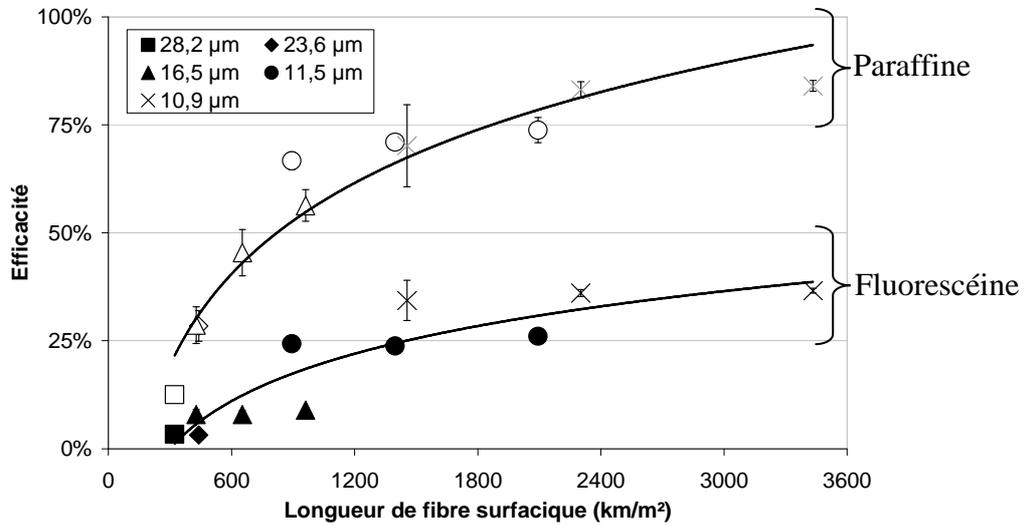


Figure III.4 - Efficacité corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres. En noir les résultats d'efficacité avec l'huile de paraffine et en blanc les résultats d'efficacité avec la fluorescéine.

La Figure III.5 présente les résultats de perméabilité à l'air corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres. Il semble que plus la finesse des fibres diminue, plus la perméabilité à l'air augmente, conformément à la littérature [5, 6].

Cependant on remarque, pour la série de finesse de fibre à 10,9  $\mu\text{m}$ , que l'on a la même perméabilité à l'air pour des différentes longueurs surfaciques de fibres. C'est donc que le paramètre diamètre de fibres n'est pas le seul à intervenir dans le mécanisme d'écoulement du fluide au travers du milieu poreux qu'est le nontissé.

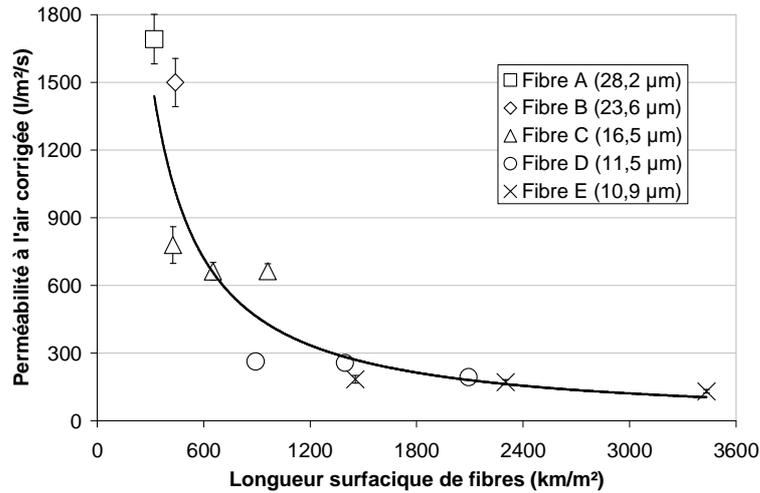


Figure III.5 - Perméabilité à l'air corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres.

### Compacité :

La Figure III.6 présente les résultats d'efficacité corrigée pour les deux essais d'efficacité de filtration en fonction de la compacité avec uniquement les fibres de diamètres 10,9 – 11,5 et 16,5 µm. Si l'on regarde l'évolution des propriétés entre chaque classe de diamètre de fibres, on s'aperçoit que l'efficacité varie très peu. En effet, mis à part pour le diamètre 16,5 µm dans l'essai de fluorescéine, l'efficacité n'augmente que très faiblement pour les cinq classes de diamètre. On peut se demander si la variation de compacité entre chaque gamme de diamètre est suffisante pour remarquer un quelconque effet. De même la variabilité des résultats montrés par les différents écart-types rend la conclusion difficile. Cependant, ce résultat est similaire aux travaux de Lamb et al. [4] qui ont fait varier la compacité de 5 à 20% pour une même catégorie d'échantillons. Ils ont observé une augmentation d'efficacité pour une compacité comprise entre 5 et 15% de compacité. Au-delà de 15% de compacité, ils ont observé une allure asymptotique de l'efficacité montrant un plateau. Il semble donc que l'efficacité soit indépendante de la compacité à partir d'un certain seuil.

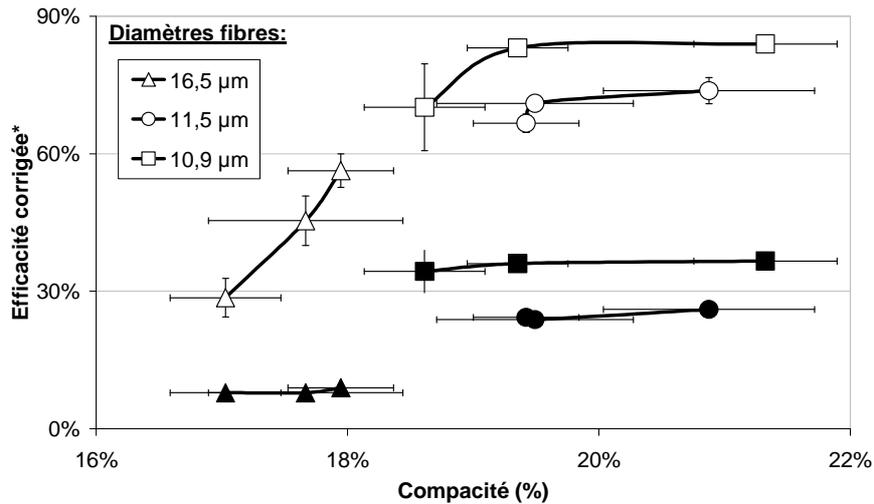


Figure III.6 - Influence de la compacité sur l'efficacité de filtration corrigée. En noir les essais sur l'aérosol de paraffine. En blanc les essais sur l'aérosol de fluorescéine.

Une autre hypothèse, pourrait-être qu'à partir d'une certaine compacité, on ait atteint un empilement maximal de fibres pour lequel l'efficacité n'augmente plus.

Une question ouverte serait de savoir quelle est l'efficacité lorsque la compacité est proche de 0 sachant que les fibres seraient toutes séparées et donc incapable de capturer des particules et de l'autre côté, quelle serait l'efficacité si la compacité tend vers l'infini, à savoir avec une épaisseur infinie où les particules seraient incapables de quitter la structure ?

Sur la Figure III.7 qui présente la perméabilité à l'air corrigée en fonction de la compacité de la structure. Celle-ci montre une tendance inverse. En effet, on remarque que le fait d'augmenter la compacité diminue fortement le rapport perméabilité à l'air. La relation entre perméabilité à l'air et compacité est donc plus évidente qu'entre compacité et efficacité. Ces conclusions rejoignent les résultats de nombreux auteurs [2, 7, 8] ainsi que les équations I.6 et I.7 qui montraient une relation entre la perte de charge et la compacité.

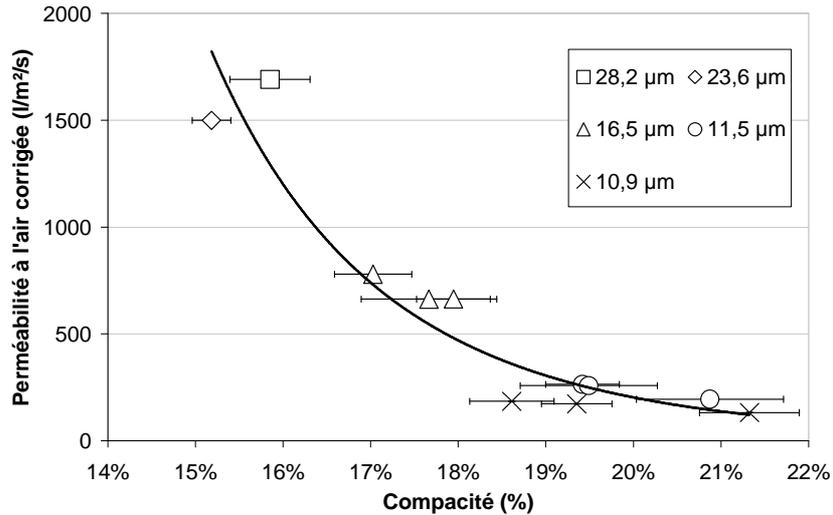


Figure III.7 - Influence de la compacité sur la perméabilité à l'air ramenée par unité de diamètre de fibres.

Nous voyons avec cette première étude l'influence des paramètres diamètre de fibres et compacité sur les propriétés de filtration. Lorsque le diamètre de fibres diminue, l'efficacité augmente et inversement, la perméabilité à l'air diminue. Exprimer l'efficacité et la perméabilité à l'air en fonction de la longueur surfacique des fibres (rare dans la littérature) nous permet de supprimer les effets de la masse surfacique, différente à chaque échantillon.

Nous avons montré que lorsque la compacité augmente, la perméabilité à l'air diminue et que la compacité joue un rôle relativement moins important sur l'efficacité par rapport à la longueur surfacique de fibres dans la zone observée entre 16 et 21%. On comprend à partir de ce moment qu'il nous faudra maintenir une compacité assez faible pour gagner en perméabilité à l'air. Cette première étude nous a aussi permis de poser des références de base utiles pour des moyens de comparaison sur des futurs échantillons plus complexes.

Les essais suivants portent sur l'utilisation de fibres permettant de descendre en finesse jusqu'à 4 microns et d'observer le comportement des propriétés de filtration sous la barre des 10 microns. Nous proposons donc de passer de la gamme des microfibrilles aux sub-microfibrilles.

### **III.1.2. Etudes sur des fibres spéciales de type « segmentées »**

Dans le chapitre 2, nous avons mis en œuvre des structures utilisant des fibres segmentées ou Pie-Wedge en anglais (PW). L'objectif était d'obtenir des diamètres de fibres inférieurs à 10  $\mu\text{m}$  sur notre procédé de fabrication cardage/hydroliage pour des applications en filtration de l'air. A l'aide de ces échantillons, nous pouvons maintenant vérifier si les comportements des propriétés de filtration observées sur des fibres microniques (10 – 30  $\mu\text{m}$ ) sont identiques entre 4 et 10  $\mu\text{m}$ . Nous ferons la même étude avec la compacité.

#### **III.1.2.1. Matériel et méthodes :**

Les nontissés sont développés sur la ligne cardé/nappé/pré-aiguilleté/hydrolié présentée dans le chapitre 2. La masse surfacique visée en sortie de pré-aiguilletage est de 160  $\text{g}/\text{m}^2$ . Cette valeur a été retenue suite à une précédente étude sur ces fibres qui avait donnée des valeurs de perméabilité à l'air trop faible pour des masses surfaciques supérieures à 200  $\text{g}/\text{m}^2$ . Les différentes configurations d'hydroliage sont résumées dans la partie II.4 du chapitre 2. Elles nous ont permis d'obtenir des échantillons couvrant une gamme assez large de compacité et de diamètre de fibres, notamment en utilisant le compactage sur certains échantillons, signalé par un « c ». Les caractéristiques structurelles obtenues sont résumées dans le Tableau III.4.

Les masses surfaciques sont comprises entre 150 et 180  $\text{g}/\text{m}^2$  avec des écart-types faibles entre chaque échantillon ce qui montre une bonne homogénéité des structures.

Selon la configuration d'hydroliage utilisée, l'épaisseur sera plus ou moins grande, en restant comprise entre 0,4 et 1,2 mm. Par ailleurs, le compactage diminue d'environ 40% à 50% l'épaisseur, avec par exemple l'échantillon B4V2 qui passe de 0,95 mm à 0,5 mm après compactage. De même que, pour la masse surfacique, les écart-types d'épaisseur restent faibles.

Concernant la compacité, on remarque qu'elle se situe entre 10 et 30% ce qui nous permet de balayer une gamme beaucoup plus large que dans le cas de la première étude sur les fibres microniques. L'influence du compactage sur l'épaisseur se retrouve dans l'expression de la compacité permettant d'obtenir des structures proches des 30% de compacité.

*Tableau III.4 - Caractéristiques structurales obtenues sur les échantillons 100% pie-wedge*

Référence	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Ecart-Type	Epaisseur (mm)	Ecart-Type	Compacité	Ecart-Type	Diamètre de fibres de Davies (µm)	Longueur surfacique de fibres (km/m <sup>2</sup> )
A1	153	2	1,22	0,03	10,01%	0,12%	14,9	688
B2A1	151	2	1,20	0,02	10,02%	0,12%	14,8	696
B3A1	149	3	0,94	0,04	12,63%	0,26%	11,4	1167
B4A2	156	4	0,74	0,03	16,87%	0,68%	6,9	3306
B4A2c	160	6	0,44	0,02	29,36%	1,62%	7,0	3287
B4V2	156	6	0,95	0,05	13,13%	0,31%	7,4	2893
B4V2c	152	5	0,48	0,01	25,26%	0,57%	7,4	2776
C2A1	157	9	0,98	0,04	12,77%	0,56%	10,6	1406
C3A2	158	5	0,76	0,03	16,51%	0,51%	7,5	2846
C3V2	172	4	1,13	0,03	12,19%	0,14%	5,9	5001
C4A2	157	4	0,74	0,02	16,91%	0,37%	6,3	4072
C4A2c	162	5	0,43	0,02	29,97%	1,22%	6,1	4347
C4V2	177	1	1,13	0,02	12,45%	0,16%	5,7	5507
C4V2c	175	3	0,57	0,02	24,51%	0,51%	4,9	7310
D2A1	150	3	1,04	0,03	11,45%	0,24%	13,3	852
D3A2	150	4	0,77	0,06	15,60%	1,03%	7,9	2430
D3V2	149	2	0,95	0,04	12,48%	0,41%	8,3	2208
D4A2	171	5	0,95	0,04	14,41%	0,27%	5,6	5430
D4A2c	164	3	0,50	0,02	26,12%	0,95%	4,9	6909
D4V2	156	3	1,00	0,03	12,47%	0,22%	6,7	3503
D4V2c	162	1	0,54	0,01	24,16%	0,58%	6,1	4379
E2A2	171	4	0,88	0,02	15,58%	0,41%	5,6	5488
E2A2c	171	3	0,53	0,02	25,75%	0,74%	5,2	6340
E3A1	153	3	0,79	0,02	15,47%	0,34%	7,5	2773
E4A1	178	2	1,04	0,04	13,66%	0,51%	5,3	6359
E4A1c	149	3	0,41	0,02	28,78%	0,77%	6,6	3443

Le diamètre des fibres est calculé en utilisant les modèles d'efficacité et de perte de charge, avec la méthode décrite dans la partie II.5 du chapitre 2. Les valeurs sont donc théoriques mais donnent un ordre d'idée du résultat obtenu. La mesure des diamètres au MEB ne donnerait pas de résultats satisfaisants étant donné la géométrie des segments. Nous nous sommes basés sur ces mesures, pour calculer la longueur surfacique de fibres.

**III.1.2.2. Résultats et discussions :**

Diamètre des fibres :

*Tableau III.5 - Propriétés de filtration corrigées obtenues sur les échantillons 100% pie-wedge.*

Référence	E* <sub>paraffine</sub>	Ecart-Type	Perméabilité à l'air* l/m <sup>2</sup> /s	Ecart-Type
A1	6,02%	0,09%	967	8
B2A1	6,22%	0,30%	965	71
B3A1	16,12%	0,94%	590	36
B4A2	58,86%	0,44%	169	6
B4A2c	93,39%	1,50%	99	5
B4V2	41,08%	1,58%	217	11
B4V2c	78,31%	2,96%	140	5
C2A1	18,32%	1,09%	453	48
C3A2	51,31%	2,18%	199	17
C3V2	52,99%	0,68%	106	4
C4A2	67,50%	2,02%	134	4
C4A2c	99,29%	0,86%	81	2
C4V2	58,05%	0,31%	94	2
C4V2c	98,73%	0,99%	51	1
D2A1	9,54%	0,25%	797	50
D3A2	43,02%	0,42%	251	7
D3V2	31,61%	2,52%	310	15
D4A2	66,99%	0,35%	96	1
D4A2c	99,48%	0,07%	53	3
D4V2	47,20%	0,42%	181	7
D4V2c	90,10%	0,92%	91	2
E2A2	69,04%	1,13%	87	3
E2A2c	98,47%	0,42%	55	2
E3A1	46,76%	0,64%	216	5
E4A1	67,99%	1,06%	77	3
E4A1c	94,91%	2,47%	100	1

Les propriétés de filtration corrigées obtenues sont résumées dans le Tableau III.5. Pour des raisons de disponibilité d'appareil, seul les résultats pour le test avec l'aérosol liquide ont été réalisés.

L'efficacité de filtration obtenue nous permet par rapport aux fibres microniques d'obtenir des valeurs beaucoup plus élevées notamment grâce aux diamètres de fibres plus petits. De même la gamme de filtration est plus grande, elle varie de 6% à 99%. Les écart-types obtenus nous confirment que les structures sont homogènes.

La perméabilité à l'air varie d'environ 50 à 1000 l/m<sup>2</sup>/s avec des écarts-types eux aussi faibles confirmant l'homogénéité des structures.

Que ce soit pour l'efficacité de filtration ou la perméabilité à l'air, le compactage semble modifier ces propriétés de façon importante par rapport à un échantillon non compacté. Cet aspect sera donc étudié.

La Figure III.8 présente l'efficacité corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres.

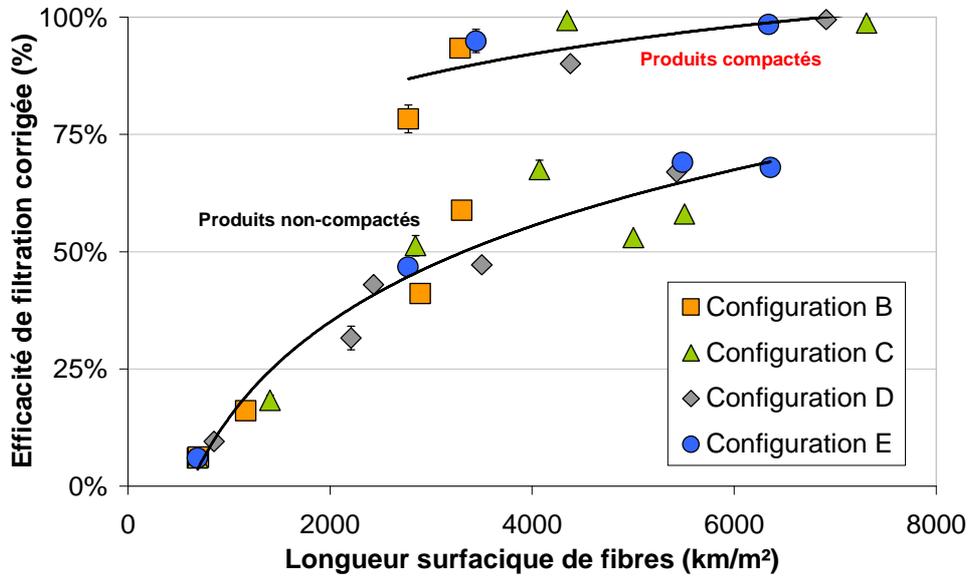


Figure III.8 - Efficacité corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres.

Comme pour l'étude précédente, l'efficacité de filtration augmente quand la longueur surfacique de fibres augmente. La tendance est quasi-identique entre échantillons compactés et non-compactés. On voit tout de même des disparités entre les échantillons, qui par moment ont une longueur surfacique identique mais une efficacité différente (par exemple dans les produits non compactés). Cela confirme ce que nous avons observé dans la mise en œuvre de ces fibres, c'est-à-dire que selon le procédé de fabrication, les propriétés de filtration finales s'en retrouvent modifiées.

Une autre remarque concerne le compactage des échantillons. En effet, pour une même longueur surfacique de fibres, le compactage augmente l'efficacité de filtration d'environ 30%.

Sur la Figure III.9 est représentée la perméabilité à l'air corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres.

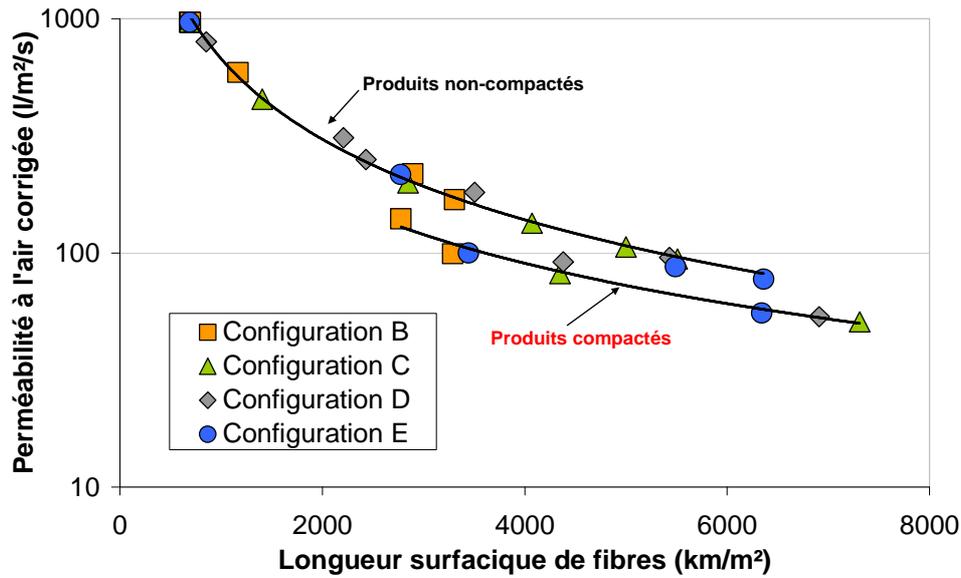


Figure III.9 - Perméabilité à l'air corrigée en fonction de la longueur surfacique des fibres.

On observe que la majorité des points passe par la courbe de tendance que les échantillons soient compactés ou non. En effet, les longueurs surfaciques sont obtenues à partir d'un diamètre théorique, ce qui explique la corrélation observée sur cette figure. Néanmoins, la tendance observée confirme les résultats de la première étude ainsi que ceux de la littérature [5, 6].

Inversement à l'efficacité de filtration, il semble que le compactage diminue la perméabilité à l'air et ce dans certains cas, pour des longueurs de fibres surfaciques identiques. Ce résultat est logique puisque nous avons observé via la littérature [2, 3] et l'étude sur les fibres microniques que l'efficacité de filtration varie inversement à la perméabilité à l'air.

#### Compacité :

La Figure III.10 présente les résultats d'efficacité corrigée en fonction de la compacité.

La tendance est beaucoup plus difficile à interpréter. En effet, l'efficacité de filtration est plus élevée avec les produits compactés que les produits non-compactés. Pourtant on remarque dans de nombreux cas que pour une même compacité, l'efficacité de filtration peut être différente. On peut expliquer ce résultat par rapport au procédé de fabrication qui diffère entre chaque échantillon et qui comme on l'a vu dans le chapitre 2 permet d'obtenir des propriétés de filtration différentes malgré des compacités ou longueurs surfaciques de fibres identiques.

La tendance tracée sur ce graphique n'est pas sans rappeler les travaux de Lamb et al. [4] qui font apparaître une zone de compacité pour laquelle, l'efficacité varie très vite (ici zone de 10 à 18%) et une zone de compacité pour laquelle, l'efficacité varie très peu (ici zone de 25 à 30%). L'existence d'un plateau à partir d'une certaine compacité expliquerait que l'arrangement fibreux, suite à un compactage, ne suffise plus à augmenter la capture de particules.

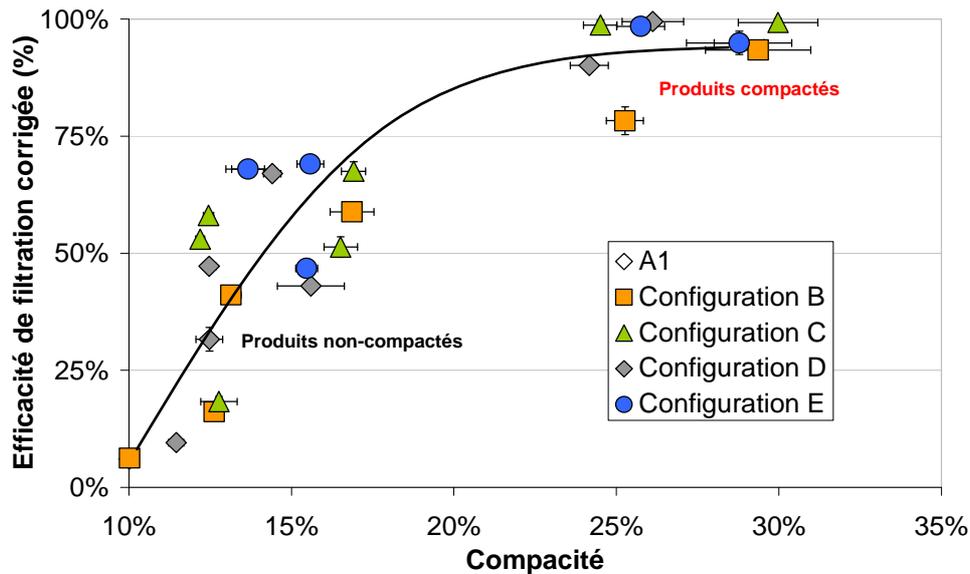


Figure III.10 - Influence de la compacité sur l'efficacité de filtration corrigée.

La perméabilité à l'air corrigée en fonction de la compacité est représentée sur la Figure III.11.

On observe une tendance inverse à celle de l'efficacité où nous pouvons tirer des conclusions identiques. A savoir tout d'abord que la tendance est beaucoup moins évidente que dans la première étude où beaucoup de points passaient par la courbe de tendance. Encore une fois, les différents paramètres d'hydroliage utilisés peuvent expliquer des perméabilités à l'air différentes pour une même compacité. Ils jouent un rôle important dans l'organisation de la structure du nontissé comme par exemple la distribution des pores.

Une première zone de 10 à 18% de compacité, correspondant aux échantillons non-compactés montre une diminution très rapide de la perméabilité à l'air. La seconde zone, de 25 à 30% de compacité, nous montre un plateau ou au moins une perte beaucoup moins forte de perméabilité à l'air. A nouveau, il semble qu'à partir d'un certain point, le compactage des fibres empêche l'écoulement de l'air et explique la seconde partie de la courbe.

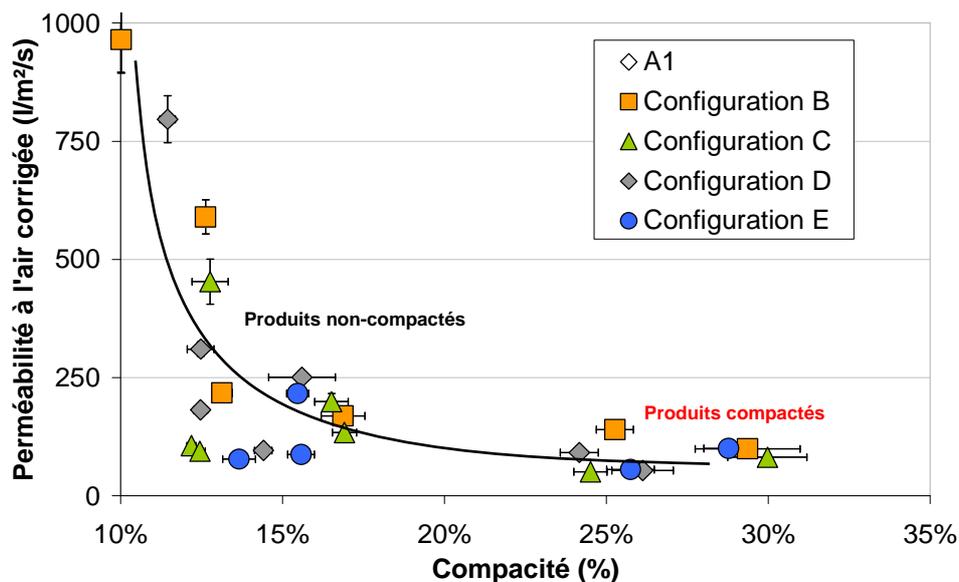


Figure III.11 - Influence de la compacité sur la perméabilité à l'air corrigée.

Cette étude sur les fibres segmentées nous montre que les relations entre diamètre des fibres et compacité sont quasi-identiques avec celles identifiées sur des fibres plus grosses. Lorsque la longueur surfacique des fibres augmente, l'efficacité de filtration augmente au détriment de la perméabilité à l'air. De même, lorsque la compacité augmente, l'efficacité de filtration augmente et inversement la perméabilité à l'air diminue. Cependant la mise en œuvre, notamment lors de l'hydroliage, montre des disparités en fonction du type de configuration utilisée et nous confirme que l'étape de fabrication est un moment clef dans la réalisation d'une structure filtrante.

La partie suivante traite de l'étude des fibres bicomposantes segmentées creuses.

### III.1.3. Etude sur des fibres spéciales de type « segmentées creuses »

Cette étude, identique à celle sur les pie-wedge, utilise des fibres segmentées creuses ou Hollow Pie-Wedge en anglais (HPW). Seule la nature des polymères et le diamètre des segments sont différents des précédentes. En effet, elles sont composées de PP et de Polyéthylène (PE), hydrophobes, rendant un peu plus difficile l'hydroliage. Le diamètre final visé est compris entre 5 et 6,5  $\mu\text{m}$ , supérieur à celui espéré au départ (4  $\mu\text{m}$ ), dû à un diamètre de fibres non-éclatées supérieur à celui fourni par le fabricant.

### III.1.3.1. Matériel et méthodes

Les nontissés sont développés sur la ligne cardé/nappé/pré-aiguilleté/hydrolié présentée dans le chapitre 2. La masse surfacique visée en sortie de pré-aiguilletage est de 120 g/m<sup>2</sup>. Cette valeur avait été retenue pour anticiper les valeurs de perméabilité à l'air pour des fibres de 4 µm. Malheureusement, l'étude complète sur la fibre nous révélera un diamètre plus élevé. Les différentes configurations d'hydroliage sont résumées dans la partie II.4.2. du chapitre 2. Elles nous ont permis d'obtenir des échantillons couvrant une gamme assez large de compacité et de diamètre de fibres simplement en faisant varier les caractéristiques d'hydroliage. Nous avons délibérément choisi de ne pas compacter pour ne pas obtenir des valeurs de perméabilité à l'air trop faibles. Les caractéristiques structurelles obtenues sont résumées dans le Tableau III.6.

*Tableau III.6 - Caractéristiques structurelles obtenues sur les échantillons 100% HPW.*

Référence	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Ecart-Type	Épaisseur (mm)	Ecart-Type	Compacité (%)	Ecart-Type (%)	Diamètre de fibres de Davies (µm)	Longueur surfacique de fibres (km/m <sup>2</sup> )
A1	104	7	0,90	0,01	12,43	0,15	14,2	700
A2	106	5	0,72	0,04	15,84	0,51	8,6	1976
A3	105	3	0,71	0,03	15,89	0,65	7,7	2466
A4	110	6	0,79	0,04	14,96	0,40	7,2	2907
B2	103	6	0,81	0,03	13,76	0,24	9,2	1663
B3	108	3	0,87	0,08	13,32	0,68	8,3	2159
B4	108	3	0,85	0,03	13,67	0,35	7,8	2464
C2	109	3	0,71	0,03	16,70	0,95	7,7	2543
C3	112	1	0,72	0,04	16,90	0,47	7,1	3069
C4	112	2	0,71	0,06	16,90	0,83	6,7	3418
D2	104	2	0,79	0,06	14,30	0,82	8,5	1973
D3	106	7	0,78	0,03	14,71	0,38	7,8	2383
D4	108	2	0,83	0,03	13,98	0,34	7,1	2932

Les masses surfaciques obtenues sont entre 100 et 110 g/m<sup>2</sup> avec des écart-types faibles montrant une homogénéité de la structure.

Les épaisseurs sont comprises entre 0,7 et 0,9 mm donc dans une fenêtre assez restreinte par rapport aux échantillons pie-wedge et avec des écart-types eux aussi faibles.

Les compacités varient de 12 à 17%, donc dans une gamme moins large que dans l'étude des pie-wedge. C'est notamment dû au fait de ne pas avoir compacté les échantillons. Par contre les écart-types obtenus sont beaucoup plus importants que sur les échantillons pie-wedge.

Comme précédemment, le diamètre des fibres est obtenu avec la relation de Davies qui nous permet ensuite de calculer la longueur surfacique des fibres.

### III.1.3.2. Résultats et discussions

#### Diamètre des fibres :

Les propriétés de filtration corrigées obtenues sont résumées dans le Tableau III.7. Pour des raisons de disponibilité d'appareillage, seul le test avec l'aérosol liquide a été réalisé. L'efficacité de filtration est mesurée sur des échantillons sans charges électrostatiques afin de ne pas brouiller les résultats de l'étude.

*Tableau III.7 - Propriétés de filtration corrigées pour les échantillons 100% HPW.*

Référence	E* <sub>paraffine</sub> (%)	Ecart-Type (%)	Perméabilité à l'air* l/m <sup>2</sup> /s	Ecart-Type
A1	7,09	0,15	916	9
A2	37,22	0,51	355	7
A3	46,37	0,65	300	3
A4	50,21	0,40	228	2
B2	26,75	0,24	450	16
B3	33,21	0,68	329	22
B4	39,98	0,35	299	9
C2	47,16	0,95	262	5
C3	56,46	0,47	211	8
C4	61,71	0,83	188	6
D2	33,81	0,82	391	7
D3	41,92	0,38	311	7
D4	47,08	0,34	262	8

L'efficacité de filtration varie de 7 à 62% et la perméabilité à l'air de 190 à 900 l/m<sup>2</sup>/s. Les écart-types obtenus montrent une bonne homogénéité de la structure avec cependant pour B2 et B3 des écart-types de perméabilité à l'air plus élevés que les autres.

La Figure III.12 présente l'influence de la longueur surfacique des fibres sur l'efficacité de filtration.

La conclusion est identique aux deux études précédentes, lorsque l'on augmente la longueur surfacique des fibres, l'efficacité de filtration augmente. Pourtant, la tendance est ici plutôt linéaire comparée aux tendances plus « logarithmiques » des fibres microniques et pie-wedge.

On note que pour une même longueur surfacique, l'efficacité de filtration peut être différente. Encore une fois, les paramètres d'hydroliage montrent que l'on peut obtenir des propriétés différentes.

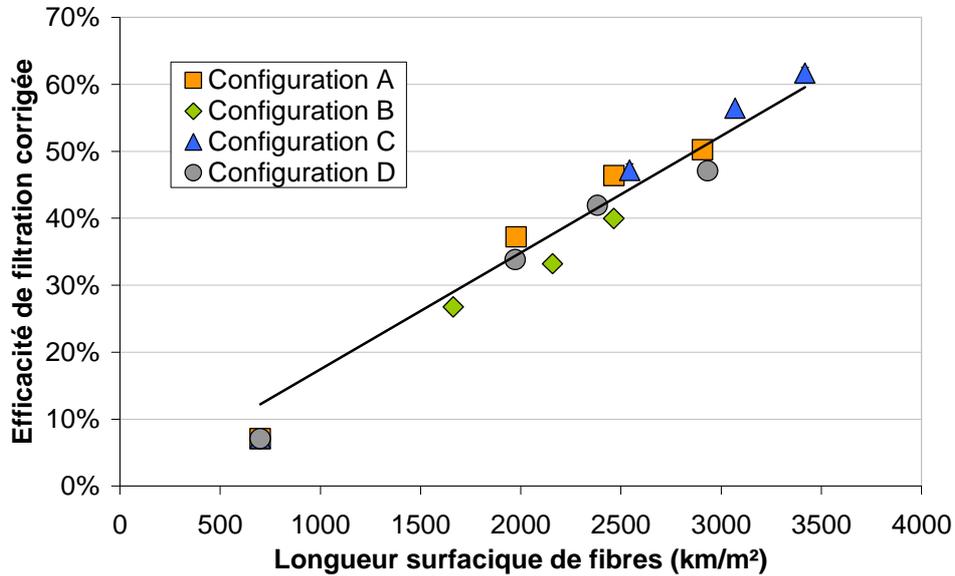


Figure III.12 - Efficacité de filtration corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres.

Concernant la perméabilité à l'air (Figure III.13), l'utilisation des modèles d'efficacité et de perte de charge pour prédire le diamètre des fibres explique que la majorité des points passent par la courbe de tendance. Le résultat reste donc identique aux études précédentes, à savoir que plus on augmente la longueur surfacique de fibres, plus la perméabilité à l'air diminue.

#### Compacité :

La Figure III.14 présente l'influence de la compacité sur l'efficacité de filtration corrigée.

On voit qu'il est difficile d'établir une relation entre compacité et efficacité de filtration pour cet exemple. En effet, dans de nombreux cas, pour une même compacité, nous avons différents résultats d'efficacité. De plus, avec des écart-types élevés il est difficile de conclure. Par contre si on relie les points correspondants à 2, 3 ou 4 passages d'hydroliage on peut vérifier une tendance observée dans la littérature et dans les études précédentes [4]. La différence entre chaque échantillon d'une même configuration peut donc provenir d'un éclatement de fibres différent en fonction du nombre de passages.

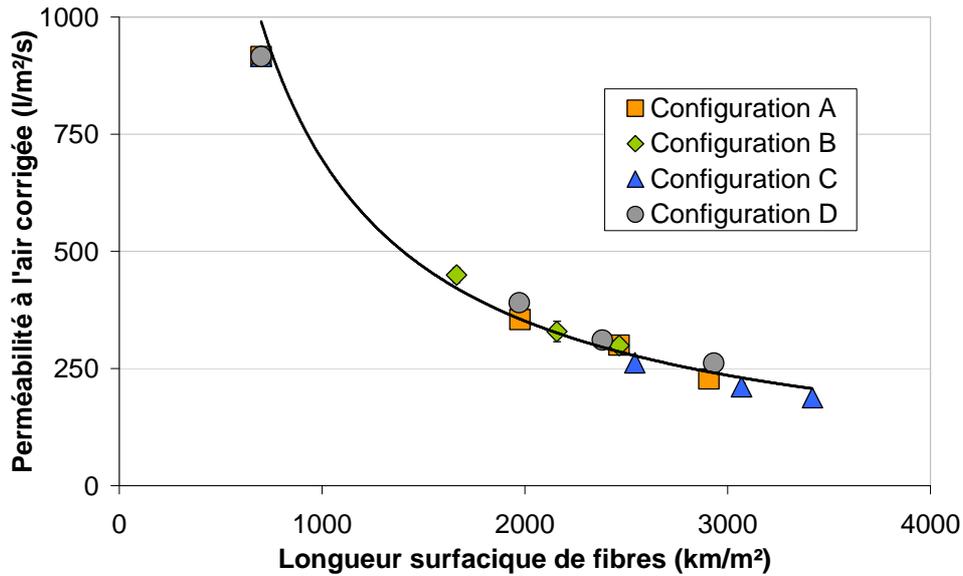


Figure III.13 - Perméabilité à l'air corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres.

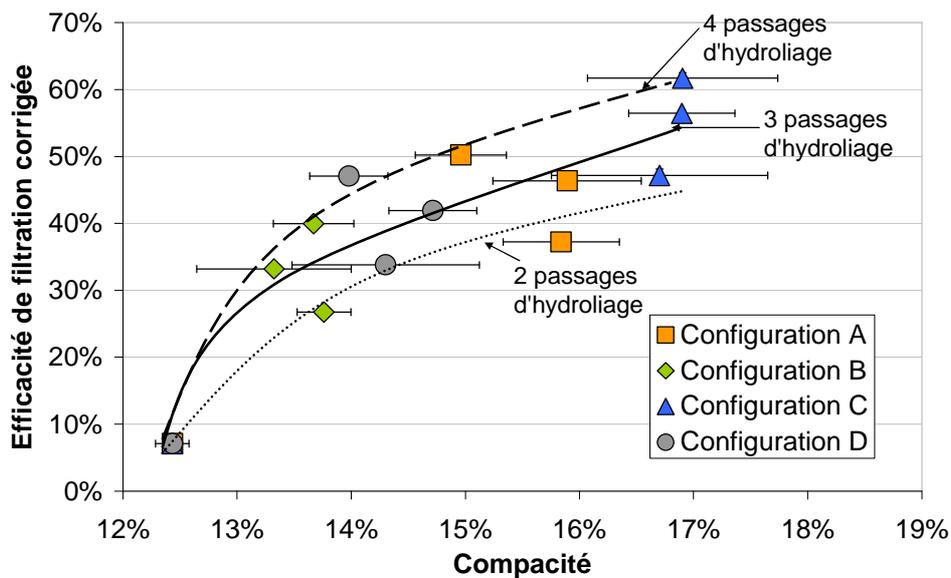


Figure III.14 - Influence de la compacité sur l'efficacité de filtration corrigée.

On a une zone entre 12 et 15% où l'efficacité augmente rapidement puis pour des compacités entre 15 et 17%, l'efficacité augmente beaucoup moins vite. Nous revenons donc à la conclusion qu'à partir d'une certaine compacité (différente en fonction des échantillons), l'empilement des fibres n'améliore plus de façon significative la capture des particules.

Pour le cas de la perméabilité à l'air (Figure III.15), quand la compacité augmente, la perméabilité à l'air diminue. La tendance est similaire à la littérature et aux études précédentes, avec un peu plus de disparités, peut être dues aux écart-types de compacité.

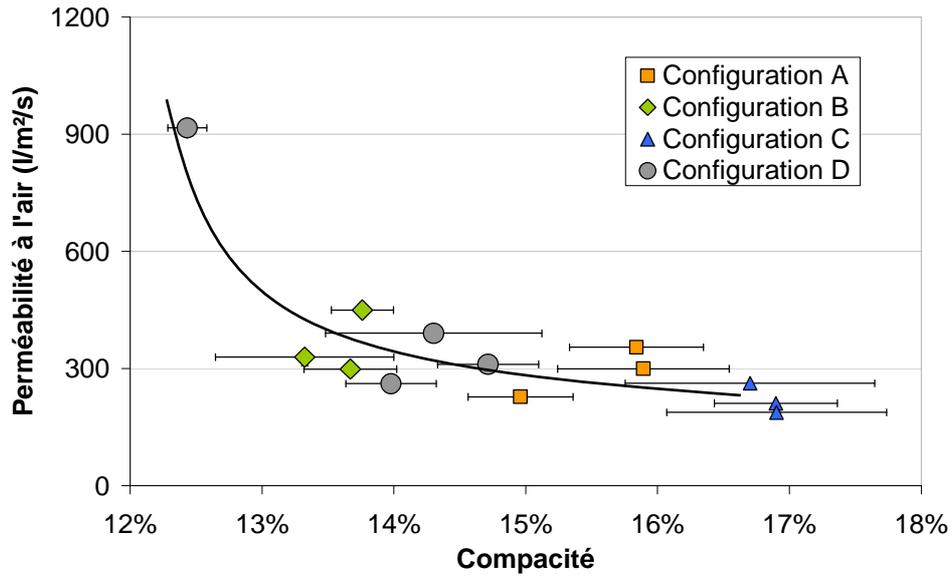


Figure III.15 - Influence de la compacité sur la perméabilité à l'air corrigée.

On remarque qu'à partir de 14% de compacité, l'évolution de la perméabilité à l'air est beaucoup moins rapide. L'empilement des fibres empêche l'écoulement de l'air.

Les conclusions sur les relations finesse des fibres / compacité sont les mêmes que pour les études précédentes, sur les fibres microniques et sur les fibres segmentées.

### III.1.4. Conclusion générale sur l'influence du diamètre des fibres et de la compacité

Avec le développement de plus d'une centaine d'échantillons composés de fibres de diamètre compris entre 30 à 4  $\mu\text{m}$  et possédant des compacités variant de 10 à 30 % nous avons pu mettre en évidence l'importance des critères longueur surfacique de fibres et compacité sur les propriétés de filtration. Le paramètre longueur surfacique des fibres semble être le plus influant sur l'efficacité et la perméabilité à l'air car les tendances sont très marquées. Quand la longueur surfacique de fibres augmente, l'efficacité augmente et la perméabilité à l'air diminue (Figure III.16). Pour l'efficacité, on remarque une tendance linéaire jusqu'à 4000  $\text{km}/\text{m}^2$  et une efficacité avoisinant les 60%. Ensuite il semblerait que cette tendance fléchisse avec sûrement un comportement asymptotique au delà des 7000  $\text{km}/\text{m}^2$ . Le compactage améliore l'efficacité, au détriment de la perméabilité à l'air pour une même longueur de fibres surfacique.

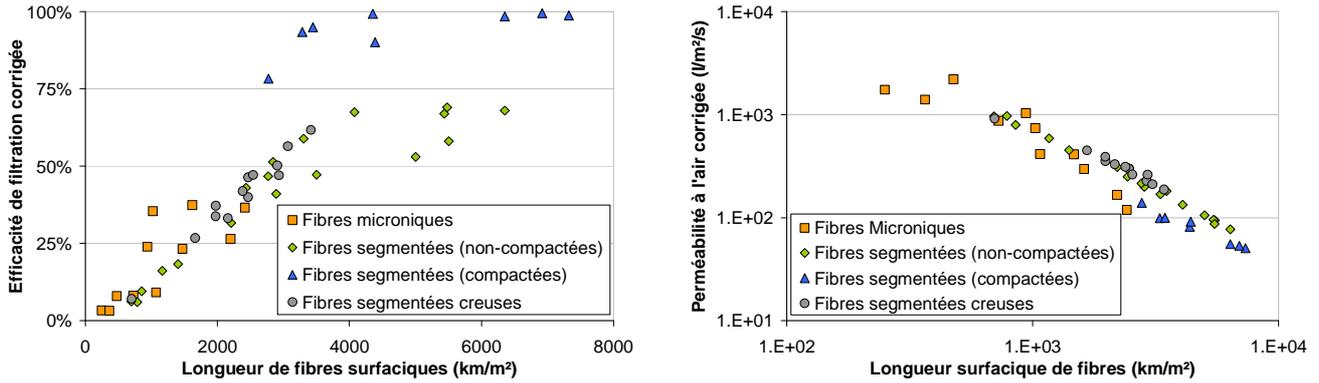


Figure III.16 - Efficacité et perméabilité à l'air corrigées en fonction de la longueur surfacique de fibres.

Pour le paramètre compacité, visible sur la *Figure III.17*, une tendance globale apparaît que ce soit pour l'efficacité ou la perméabilité à l'air. Plus la compacité augmente, plus l'efficacité de filtration augmente et inversement, la perméabilité à l'air diminue. Dans les deux cas, deux zones apparaissent : de 9 à 19% de compacité, les deux propriétés évoluent de façon considérable. Ensuite, après 19% de compacité, l'évolution des propriétés est moins marquée. Nous avons conclu qu'à partir d'un certain compactage ou empilement de fibres, l'écoulement de l'air et le captage des particules est plus difficile.

Pour de nombreux échantillons, une même compacité ne donne pas la même propriété de filtration et inversement, pour une même propriété de filtration, nous n'obtenons pas la même compacité. Cela nous indique que d'autres paramètres (fabrication, longueur surfacique de fibres etc.) influencent ces propriétés.

On remarque que selon le type de fibres utilisées, les comportements sont légèrement différents. Le diamètre ou encore la géométrie des fibres sont différents. Dans le cas des fibres microniques, les fibres sont cylindriques alors que pour les fibres pie-wedge, les segments sont de forme triangulaire et pour les hollow pie-wedge, les segments sont de forme ovoïde.

C'est l'aspect qui sera traité dans la prochaine partie, avec des fibres de forme de section spéciale pour lesquelles nous étudierons l'influence sur les propriétés de filtration et tenterons de conclure sur leur utilité.

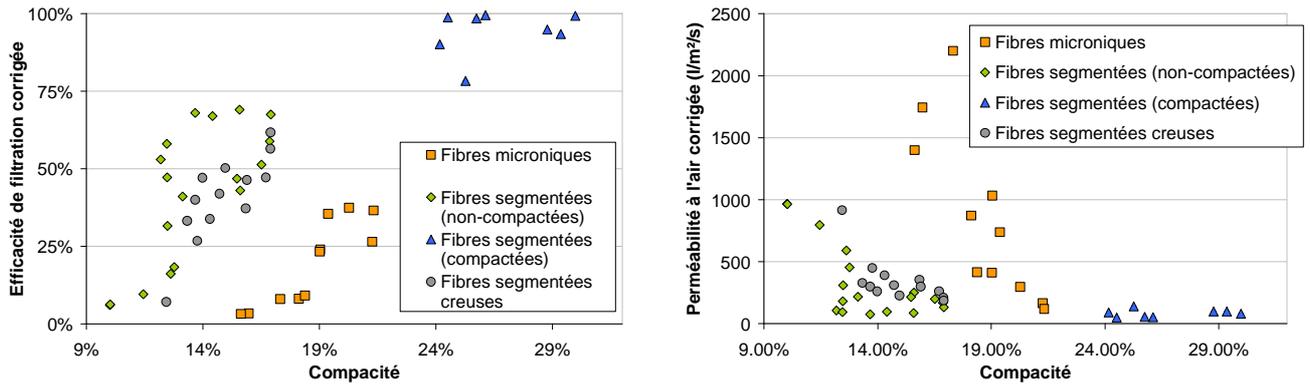


Figure III.17 - Efficacité et perméabilité à l'air corrigées en fonction de la compacité.

## III.2. Influence de la forme de section des fibres

Les géométries particulières de section de fibres permettent d'augmenter la surface spécifique sans augmenter le diamètre équivalent en micron. Cela permet, en théorie, d'avoir des structures plus ouvertes, donc plus perméables à l'air tout en ayant des surfaces de contacts avec l'air aussi importantes qu'avec des fibres plus fines [4, 9]. Nous allons tenter de vérifier ces résultats avec l'utilisation de fibres à forme de section particulière

### III.2.1. Matériels et méthodes

Les nontissés sont développés sur la même ligne que les essais précédents. Le grammage en sortie de pré-aiguilletage est fixé à 250 g/m<sup>2</sup> pour tous les échantillons. Pour l'hydroliage, le pré-mouillage est à 2 bars, et on consolide sur la face supérieure à 95 bars et la face inférieure à 175 bars. Le four est réglé sur 160 °C et le compacteur sur 100°C. Les fibres utilisées sont les suivantes : « U », « Y », « X » en PET de 2,2 dTex<sup>4</sup> et la fibre « 4DG » (Multilobée) en PET de 6.7 dTex et une fibre circulaire de référence de 2.2 dTex en PET (cf. Chapitre 2). La fibre 4DG est une fibre spécialement conçue il y a quelques années pour d'offrir les propriétés d'une fibre fine en termes de surface spécifique tout en ayant les caractéristiques d'une fibre de diamètre plus élevé. Les fibres U, X et Y n'étant pas frisées, elles seront utilisées en mélange avec une fibre de 1,5 dTex en PET afin de pouvoir les carder.

Le Tableau III.8 résume les différents mélanges utilisés dans le cadre de cette étude. Il nous fallait un minimum de 60% de fibres PET frisées afin d'entraîner suffisamment de fibres non frisées pour éviter le bourrage au niveau de la carde. L'échantillon 100% PET 0,9 dTex nous permettra de comparer les résultats avec un échantillon dont on connaît toutes les propriétés et qui est de forme de section circulaire.

<sup>4</sup> La forme de leur section est donnée par la lettre qui les caractérise : U, X ou Y.

*Tableau III.8 - Mélanges réalisés dans le cadre de l'étude sur la géométrie des fibres*

	SA	SB	SC	SD	A2	E2	DGA
PET 1,5 dTex	60%	60%	60%	60%			
Fibre 4DG							100%
Fibre U		40%					
Fibre X			40%				
Fibre Y	40%						
Fibre O (2,2 dTex)				40%			
PET 0,9 dTex						100%	
PET 6,7 dTex					100%		

Pour caractériser la géométrie des fibres, nous allons exprimer un facteur de forme [10], propre à chaque fibre :

$$\varphi = \frac{\text{Périmètre}_{Section}}{\sqrt{4 \times \pi \times \text{Aire}_{Section}}} \quad (\text{III.4})$$

Les caractéristiques structurales des échantillons sont résumées dans le Tableau III.9.

Comme on pouvait s'y attendre, le facteur de forme de la fibre 4DG est le plus élevé, suivi de celui de la fibre U. Les fibres X et Y ne semblent pas apporter beaucoup plus de surface car le facteur de forme est proche de 1. Quand on compare les longueurs surfaciques, bien évidemment l'échantillon avec la fibre de 0,9 dTex possède le plus de fibres tandis que les deux échantillons 4DG et 6,7 dTex ont moins de fibres par unité de surface.

On s'aperçoit que les nontissés ont tous une masse surfacique équivalente excepté le 100% 4DG. Par ailleurs cet échantillon, malgré sa masse surfacique élevée, possède une faible épaisseur ce qui a pour conséquence une compacité plus élevée que l'échantillon 100% 6,7 dTex.

*Tableau III.9 - Caractéristiques structurelles des nontissés développés à partir de fibres à forme de section particulières*

Référence	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Epaisseur (mm)	Compacité	Facteur de forme	Longueur surfacique (m/m <sup>2</sup> )
SA	201	0,80	18,34%	1,17	1131638
SB	217	0,86	18,20%	1,48	1218196
SC	216	0,93	16,87%	1,10	1211811
SD	216	0,89	17,50%	1,00	1212520
DGA	242	0,95	18,54%	2,77	361923
A2	216	0,98	15,97%	1,00	322388
E2	207	0,74	20,27%	1,00	2300000

### III.2.2. Résultats et discussions

Les résultats des propriétés de filtration sont disponibles dans le Tableau III.10.

*Tableau III.10 – Propriétés de filtration des échantillons à géométrie spéciale*

Référence	Perméabilité à l'air corrigée (l/m <sup>2</sup> /s)	Efficacité corrigée (Paraffine)
SA	452	9.28%
SB	328	12.28%
SC	405	10.83%
SD	415	9.15%
DGA	302	6.10%
A2	1708	3.30%
E2	220	29.30%

Les résultats montrent des efficacités très faibles et pour des raisons de temps, nous n'avons pu tester qu'un seul échantillon par référence.

Cependant, on constate des différences d'efficacité pour les échantillons SA, SB, SC et SD qui pourtant ont le même titre moyen. On constate aussi une différence entre l'échantillon 4DG et le 100% 6,7 dTex qui a une efficacité plus faible. Si l'on trace la courbe d'efficacité en fonction de la perméabilité à l'air (Figure III.18), on constate que l'échantillon de 4DG ne suit pas la tendance. Il est certes plus efficace que le 100% 6,7 dTex mais il est six fois moins perméable à l'air. L'objectif étant d'avoir un maximum de perméabilité pour un maximum d'efficacité, cette fibre semble pour l'instant montrer peu d'intérêt.

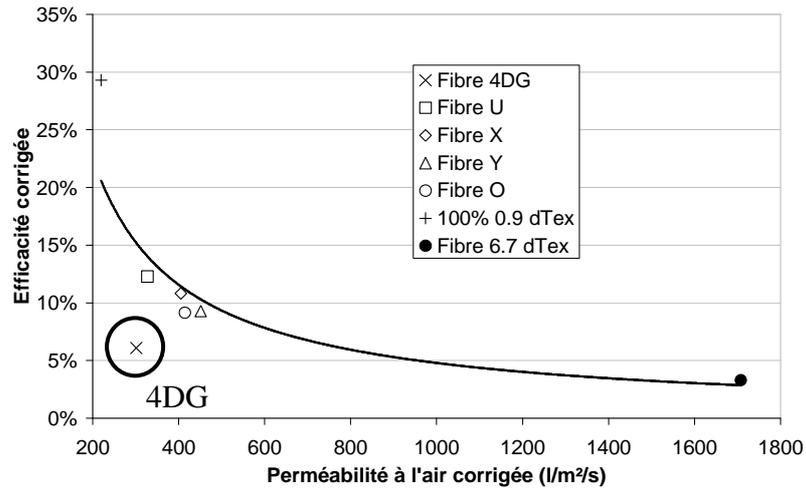


Figure III.18 - Efficacité corrigée en fonction de la perméabilité à l'air corrigée pour les échantillons à géométrie spéciale.

Ce résultat peut s'expliquer par une observation en coupe de l'échantillon au MEB qui montre que les fibres s'aplatissent ou s'orientent dans le plan perpendiculaire au flux d'air, sous l'effet de la pression des jets d'eau et du compacteur. Cette orientation a pour effet de rendre plus difficile le passage de l'air au travers de la structure [11, 12]. Cette conclusion rejoint les travaux de Cox et al. [13], qui ont montré pour leur modélisation de perte de charge avec des fibres 4DG, qu'il faut considérer l'empilement et l'aplatissement des fibres dans le plan perpendiculaire.

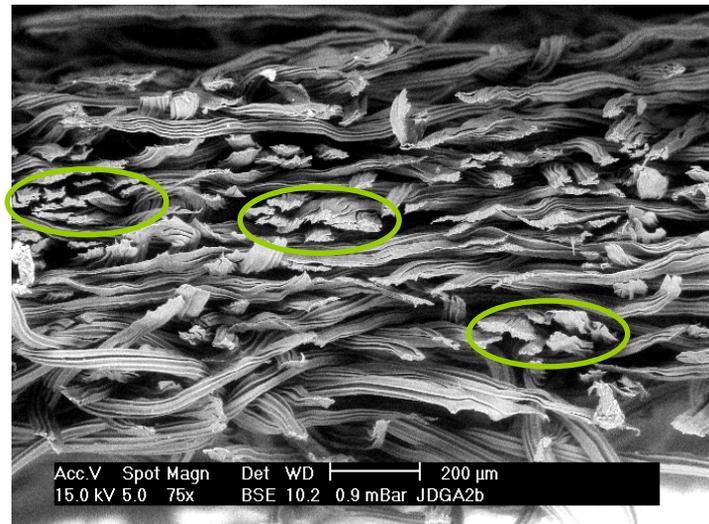


Figure III.19 – Aplatissement et orientation des fibres 4DG observées au MEB

La Figure III.20 montre l'influence du diamètre des fibres à forme de section particulières sur l'efficacité de filtration corrigée. Comme attendu, plus le diamètre des fibres est petit, plus l'efficacité de filtration est importante. Pourtant, les échantillons avec les fibres O, X et U et

les échantillons 4DG et 6,7 dTex, tout en ayant des longueurs surfaciques équivalentes, ont des efficacités de filtration différentes. Le facteur de forme peut expliquer cet écart de résultat, indépendant de l'épaisseur du matériau et du diamètre des fibres [14]. En effet, nous pouvons estimer la surface spécifique des fibres, à partir du facteur de forme par la relation suivante :

$$SS_{fibres} = \varphi \times \sqrt{\frac{4 \times \pi \times T}{\rho_f}} \times BL \quad (III.5)$$

Avec  $\varphi$  le facteur de forme,  $BL$  la longueur surfacique de fibres en  $m/m^2$  et  $T$  le titre de la fibre.

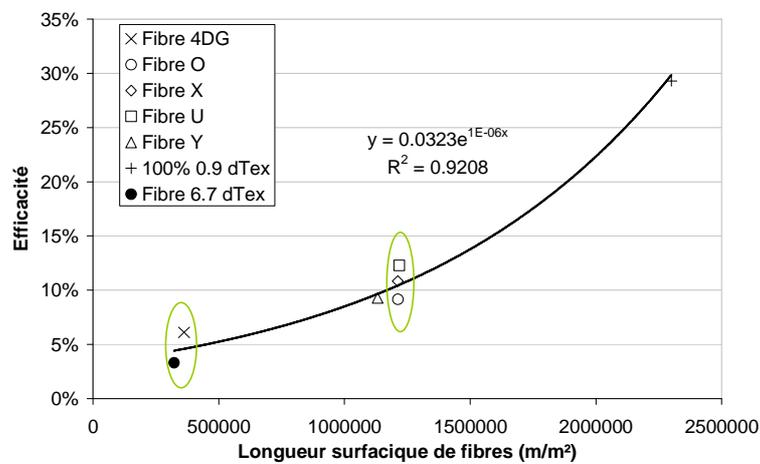


Figure III.20 – Efficacité corrigée en fonction de la longueur surfacique

En exprimant le résultat en fonction de l'efficacité de filtration corrigée, on obtient la tendance présentée sur la Figure III.21. L'utilisation du facteur de forme associé à la longueur spécifique des fibres corrige la tendance de la Figure III.20 et montre une certaine dépendance de l'efficacité de filtration vis-à-vis du facteur de forme.

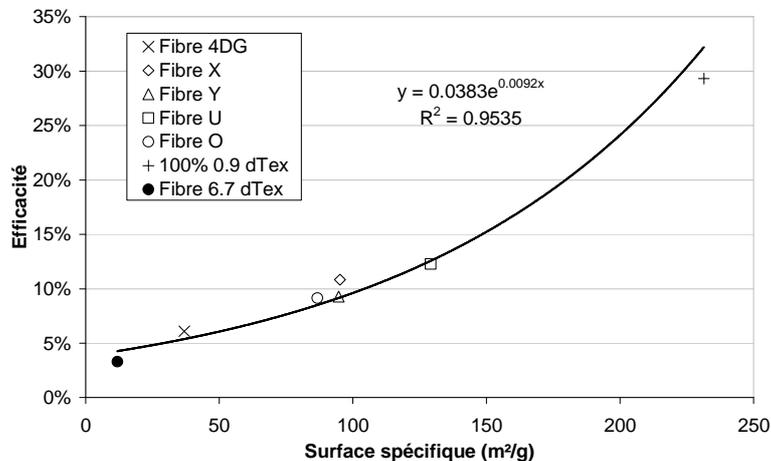


Figure III.21 - Influence de la surface spécifique sur l'efficacité de filtration

### **III.2.3. Conclusion de l'étude**

Cette étude a montré qu'utiliser des fibres à géométrie de section particulière permet de sortir des tendances remarquées avec les fibres cylindriques. La 4DG n'apporte pas les performances attendues par rapport à son facteur de forme plus élevé, notamment à cause de l'empilement des fibres et de l'orientation dans le plan perpendiculaire qui empêchent la circulation du flux d'air. La perspective de cette étude serait d'utiliser des mélanges entre fibres cylindriques et fibres à section particulières pour éviter ces effets d'imbrication. De même, aux vues des efficacités très faibles, des essais similaires avec un aérosol moins pénétrant seront à faire, afin de valider les remarques pour des efficacités plus élevées.

### III.3. Influence d'un mélange de fibres

Dans la première partie de ce chapitre nous sommes arrivés à la conclusion que des fibres fines nous permettaient d'obtenir une filtration fine mais avec des pertes de charges souvent trop élevées. D'un autre côté, les fibres plus grosses n'assurent que très peu d'efficacité de filtration mais une perméabilité à l'air très élevée. Dans le but d'obtenir le meilleur compromis entre efficacité et perméabilité à l'air, nous recherchons l'existence d'un effet de synergie entre un mélange de fibres fines et fibres grosses. Comme dans la première partie du chapitre, nous allons tout d'abord nous intéresser aux fibres circulaires microniques afin de tirer des conclusions simples et d'évaluer l'intérêt par la suite dans des mélanges avec des fibres plus exotiques.

#### III.3.1. Mélanges de finesses de fibres circulaires microniques

L'objectif de cette étude est donc de vérifier des effets de synergie entre des mélanges intimes de finesses de fibres au travers des propriétés de filtration. L'avantage de développer nos échantillons sur des procédés voie sèche nous permet de réaliser les mélanges intimes de fibres, qui sont impossibles sur des lignes spunmelt. Ces mélanges nous permettent au final d'observer des distributions de diamètres de fibres de type bimodales suivant chacune une loi normale comme montré dans la Figure III.22 pour un mélange 0.9/6.7 dTex.

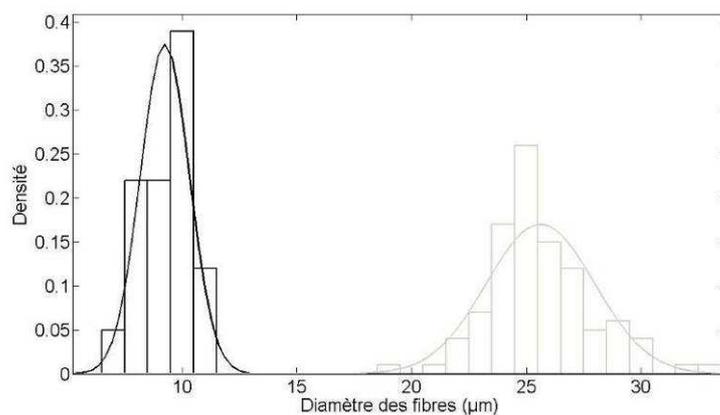


Figure III.22 - Distribution bimodale pour un mélange intime 0.9/6.7 dTex.

### III.3.1.1. Matériel et méthodes

Les nontissés sont développés sur la ligne cardé/nappé/pré-aiguilleté/hydrolié, présentée dans le chapitre 2. Le grammage visé en sortie de pré-aiguilletage est de 250 g/m<sup>2</sup>. Concernant l’hydroliage, le pré-mouillage est à 2 bars et on consolide sur la face supérieure à 95 bars et la face inférieure à 175 bars. Le four utilisé pour sécher la matière est réglé sur 160°C et on utilise un compacteur, constitué de deux cylindres chauffants à 100°C, en dessous de la température de fusion du polymère, afin d’obtenir une épaisseur d’environ 1mm. Le Tableau III.11 présente les différents types de mélanges effectués. L’objectif était de viser un diamètre moyen proche de deux références C2 et D2 issues de la première série d’essais sur les fibres microniques, 11,5 µm (fibres 1,5 dTex) et 16,5 µm (fibres de 3,3 dTex).

*Tableau III.11 - Proportions massiques des mélanges*

Diamètre fibres (µm)	AE (C2)	LE (C2)	AE (D2)	LE (D2)
28.2 (A)	85%		45%	
10.9 (E)	15%	23%	55%	58%
45.1 (L)		77%		42%

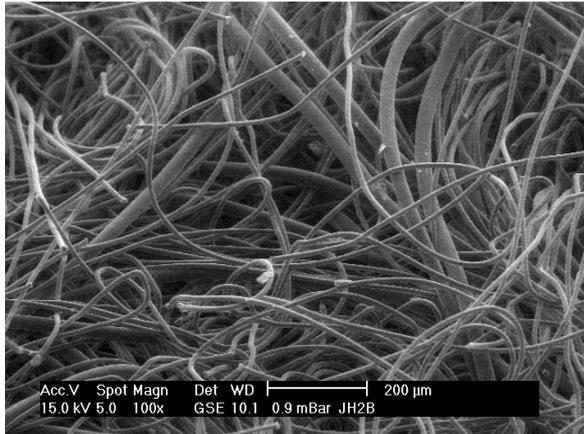
Le Tableau III.12 présente les caractéristiques structurelles obtenues sur les mélanges.

*Tableau III.12 - Caractéristiques structurelles des mélanges de fibres et de leurs références*

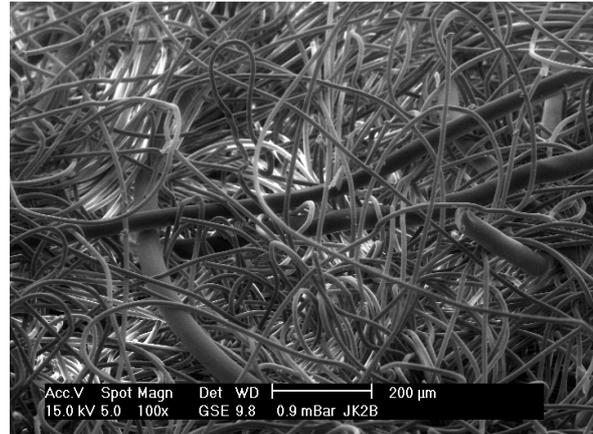
Référence	Composition	Diamètre visé µm	Masse surfacique g/m <sup>2</sup>	Epaisseur µm	Compacité %	Longueur surfacique fibre fine km/m <sup>2</sup>	Longueur surfacique fibre grosse km/m <sup>2</sup>
C2	16,5 µm		215 ± 8	986 ± 23	17.7 ± 0.8	653	
AE (C2)	10,9 µm 28,2 µm	16,5 µm	246 ± 9	776 ± 27	17.0 ± 0.6	410	312
LE (C2)	10,9 µm 45,1 µm	16,5 µm	214 ± 3	884 ± 52	11.6 ± 0.3	548	97
D2	11,5 µm		210 ± 8	780 ± 32	19.5 ± 0.8	1397	
AE (D2)	10,9 µm 28,2 µm	11,5 µm	228 ± 6	960 ± 27	17.2 ± 0.6	1394	154
LE (D2)	10,9 µm 45,1 µm	11,5 µm	224 ± 5	1070 ± 18	15.2 ± 0.5	1443	56

La fibre référencée L fait 45,1 µm et a été utilisée uniquement pour le développement des échantillons. Les proportions affichées dans le Tableau III.11 nous ont permis d’atteindre les diamètres de fibres moyens équivalents aux références C2 et D2.

La Figure III.23 montre des images MEB des échantillons AE(D2) et LE(D2) avec respectivement des fibres de 6,7 et 17 dTex. On remarque que les mélanges sont bien intimes et si l'on regarde les longueurs de fibres surfaciques, l'échantillon LE semble avoir plus de fibres fines.



**AE(D2):** Mélange 10,9/28,2 µm  
 Longueur surfacique fibres fines = 1394 km/m<sup>2</sup>  
 Longueur surfacique fibres grosses = 154 km/m<sup>2</sup>



**LE(D2):** Mélange 10,9/45,1 µm  
 Longueur surfacique fibres fines = 1443 km/m<sup>2</sup>  
 Longueur surfacique fibres grosses = 56 km/m<sup>2</sup>

Figure III.23 - Images MEB de deux mélanges

### III.3.1.2. Résultats et discussions

Les tests de filtrations ont été réalisés avec les deux types d'aérosols, liquides et solides. Les résultats des propriétés de filtration sont résumés dans le *Tableau III.13*. Les écarts-types montrent une bonne homogénéité des échantillons excepté peut être pour l'échantillon AE(D2) concernant l'essai à la fluorescéine.

La Figure III.24 montre la perméabilité à l'air corrigée pour les différents mélanges et leurs références. Les nontissés avec la fibre A (28,2 µm) sont plus compacts que ceux comprenant la fibre L (45,1 µm), ce qui explique la meilleure perméabilité à l'air pour ces derniers. Cette fibre, plus grosse et donc plus texturée permet de s'insérer dans les espaces inter-pores des fibres fines et ainsi augmenter la porosité et sûrement le diamètre moyen des pores, créant par endroits des zones plus poreuses.

Tableau III.13 - Propriétés de filtration des mélanges et de leurs références pour les deux tests d'efficacité.

Références	Efficacité corrigée Fluorescéine %	Efficacité corrigée Paraffine %	Perméabilité à l'air corrigée $L s^{-1} m^{-2}$
C2	45,39 ± 5,15	7,88 ± 0,93	662 ± 46
AE (C2)	30,78 ± 2,18	6,39 ± 0,45	976 ± 60
LE (C2)	46,26 ± 2,18	15,22 ± 0,72	2087 ± 129
D2	70,99 ± 1,66	23,79 ± 0,55	257 ± 9
AE (D2)	58,83 ± 9,18	11,08 ± 1,73	347 ± 32
LE (D2)	71,50 ± 1,14	24,13 ± 0,25	560 ± 36

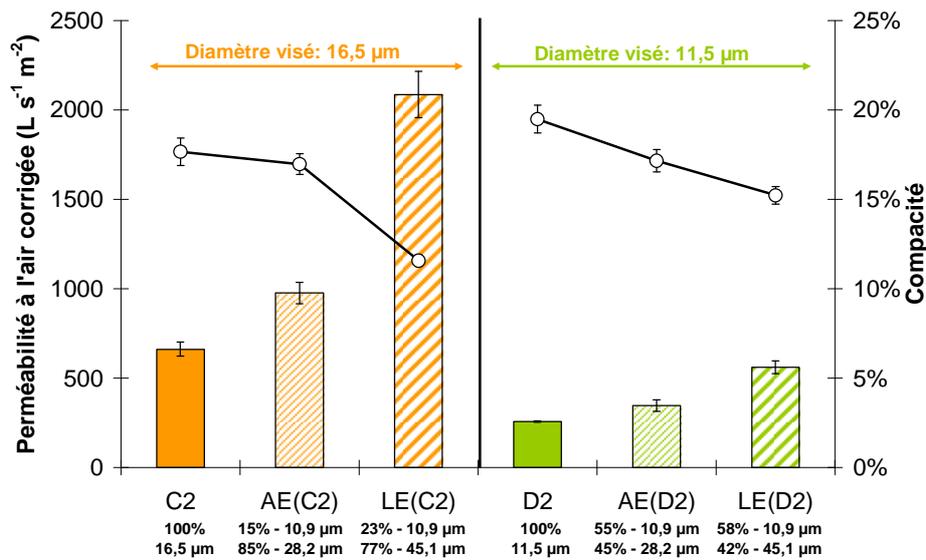


Figure III.24 - Perméabilité à l'air et compacité des mélanges et de leurs références. Les histogrammes représentent la perméabilité à l'air et les points la compacité.

Les Figure III.25 et Figure III.26 représentent l'efficacité de filtration et la longueur surfacique de fibres fines des mélanges et de leurs références. L'efficacité, quelque soit l'aérosol, est plus faible lorsqu'il s'agit des échantillons avec de la fibre A en comparaison aux références C2 et D2. Par contre, les échantillons avec la fibre L sont plus efficaces que les témoins. Pourtant leur compacité et perméabilité à l'air sont plus faibles. Cependant, la longueur surfacique de fibres fines est plus élevée ce qui peut expliquer le résultat en termes d'efficacité.

Ces résultats nous montrent que les mélanges contenant la plus grosse fibre L (45,1  $\mu\text{m}$ ) ont de meilleures propriétés de filtration en terme de perméabilité à l'air et d'efficacité. Une explication possible de ces résultats est le pourcentage massique de fibres fines, plus important pour les mélanges utilisant la fibre L.

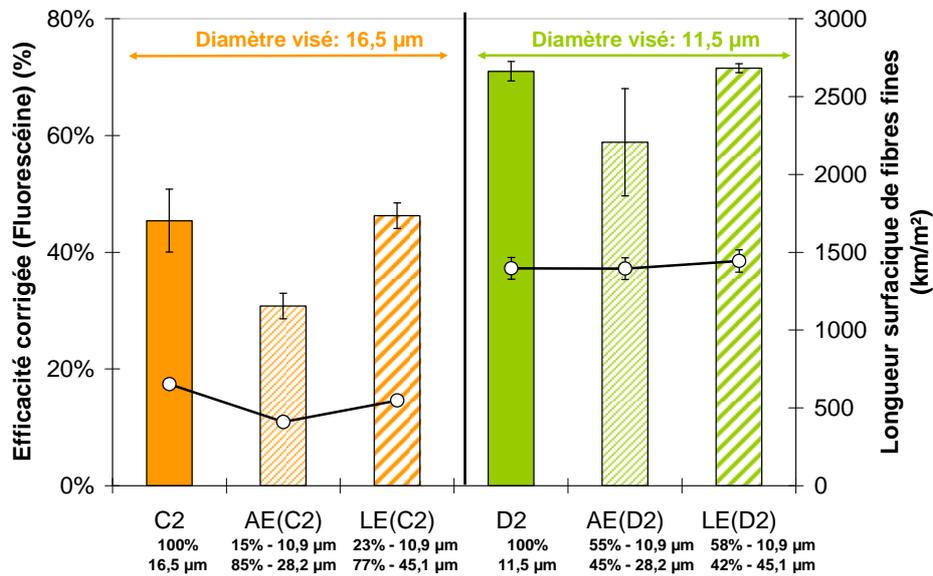


Figure III.25 - Efficacité de filtration corrigée à l'aérosol de fluorescéine des mélanges et de leurs références. Les histogrammes représentent l'efficacité et les points la longueur surfacique.

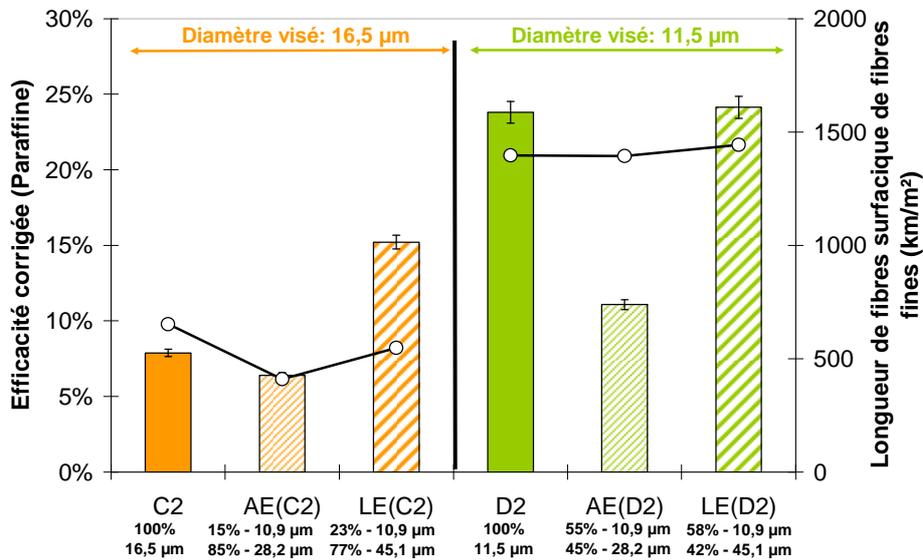


Figure III.26 - Efficacité de filtration corrigée à l'aérosol de paraffine des mélanges et de leurs références. Les histogrammes représentent l'efficacité et les points la longueur surfacique.

Si l'on trace la courbe de l'efficacité en fonction de la longueur surfacique de fibres fines, pour les deux aérosols, on obtient une relation linéaire (Figure III.27). Ce résultat est en accord avec les travaux de Sakano [15] qui montrent que l'efficacité de filtration est linéaire à la fraction massique de fibres fines ou grosses en considérant un grammage équivalent à chaque échantillon.

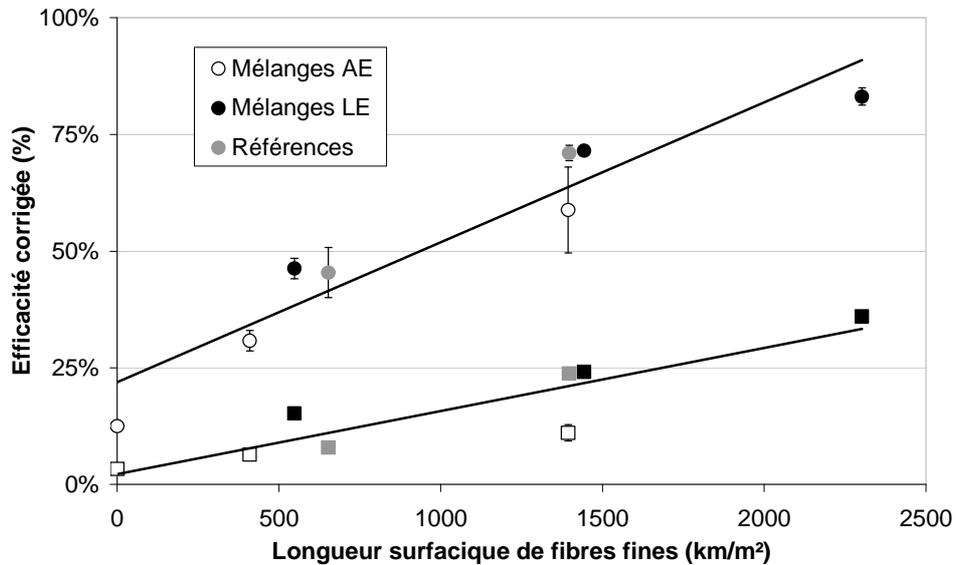


Figure III.27 - Influence de la longueur surfacique de fibres fines sur l'efficacité de filtration. Les ronds sont les résultats pour la fluorescéine. Les carrés sont les résultats pour la paraffine.

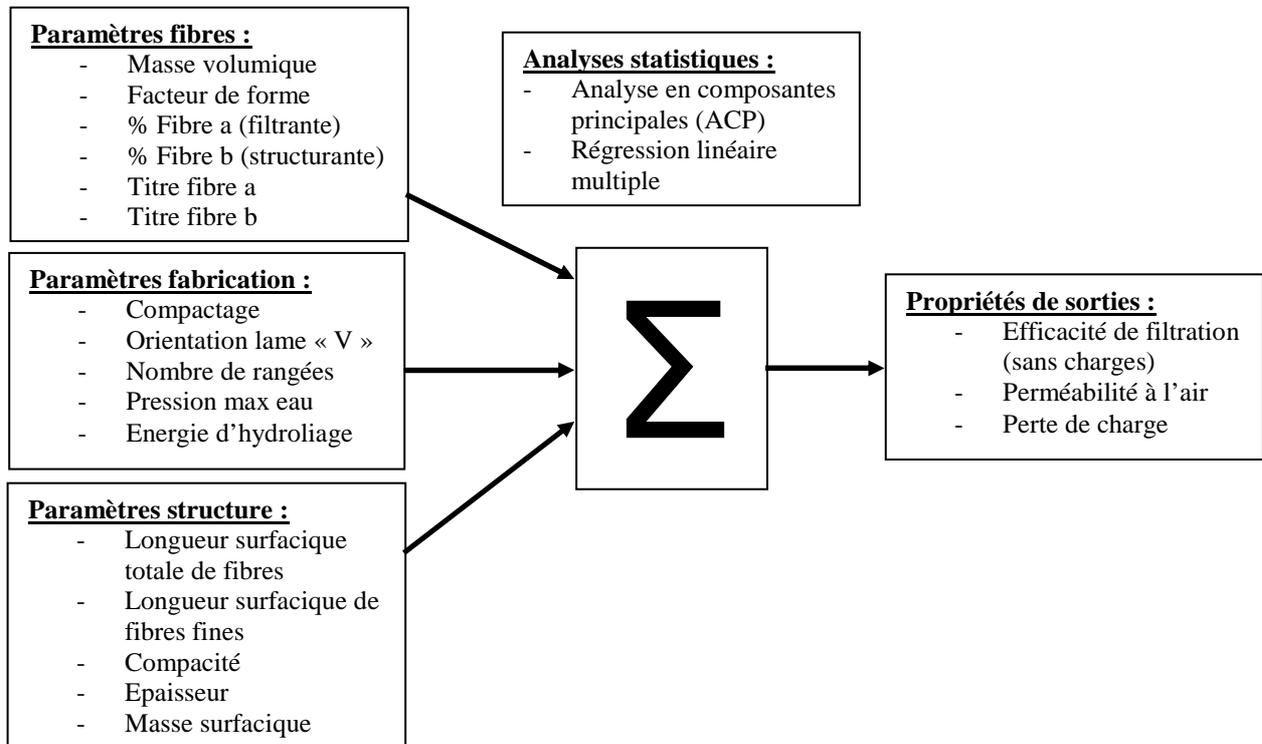
Cependant pour certains mélanges, les valeurs s'écartent de la tendance linéaire. Il semble donc que deux populations de fibres ne sont pas à considérer comme indépendantes en termes de filtration. Des effets de synergie peuvent avoir lieu comme nous le voyons dans ces résultats. On retiendra en conclusion que globalement l'efficacité de filtration est régie par la quantité de fibres fines présentes dans le média filtrant : un minimum de fibres est requis pour assurer un certain niveau d'efficacité de filtration. La présence de fibres plus grosses influence la perméabilité à l'air en ouvrant la structure du nontissé et donc en diminuant la compacité.

### III.4. Analyse statistique des résultats

Pour terminer ce chapitre trois, nous souhaitons pondérer l'effet des paramètres structures étudiés dans ce chapitre ainsi que les effets d'autres paramètres (fabrication, fibres etc.) par rapport aux propriétés de filtration obtenues expérimentalement. Nous allons utiliser l'analyse statistique par composantes principales ainsi qu'une régression linéaire multiple.

#### III.4.1. Analyse en composante principale

La *Figure III.28* schématise les paramètres d'entrée choisis ainsi que les propriétés de sortie voulues au travers des différentes analyses statistiques.



*Figure III.28 - Schéma des paramètres d'entrée et de sortie évalués*

L'analyse par composantes principales (ACP) est représentée sur la *Figure III.29*.

Elle représente la projection sur un repère en deux dimensions des facteurs utilisés [16, 17]. On peut déduire plusieurs liens à partir de ce graphique. En ACP normée, les variables projetées sur chaque plan factoriel se trouvent à l'intérieur d'un cercle de rayon unité. Plus une variable est projetée vers le bord du cercle, mieux elle est représentée. Par ailleurs, deux variables bien représentées et proches l'une de l'autre sont corrélées positivement tandis que

deux variables qui s'opposent sont corrélées négativement. Une orthogonalité entre deux variables traduit l'absence de corrélation linéaire. Notons que l'ACP ne mesure que des corrélations linéaires entre variables. Avant de conclure sur l'existence ou l'absence de relations entre variables, il est donc utile de représenter des graphes de corrélation.

Tout d'abord, la projection de la perméabilité à l'air est à l'opposé de celle de l'efficacité de filtration ce qui indique un caractère inverse en termes de propriétés. Nous avons déjà remarqué cela. Il en va de même pour la perte de charge qui est très proche de l'efficacité.

En suivant le même raisonnement, concernant les caractéristiques structurales, il semble que les longueurs surfaciques soient les paramètres les plus proches de l'efficacité de filtration et inversement de la perméabilité à l'air. Cela nous indique qu'augmenter la longueur surfacique fait varier dans le même sens l'efficacité. La même remarque peut être faite pour l'épaisseur qui cette fois-ci évolue dans le même sens que la perméabilité à l'air et donc inversement à l'efficacité. La compacité et la masse surfacique sont deux paramètres plutôt orthogonaux aux deux propriétés de filtration. Il n'y a donc pas de corrélation linéaire, cependant nous avons vu lors de nos études que la compacité influence l'efficacité de filtration et la perméabilité à l'air. L'autre analyse statistique nous aidera à conclure sur ces paramètres.

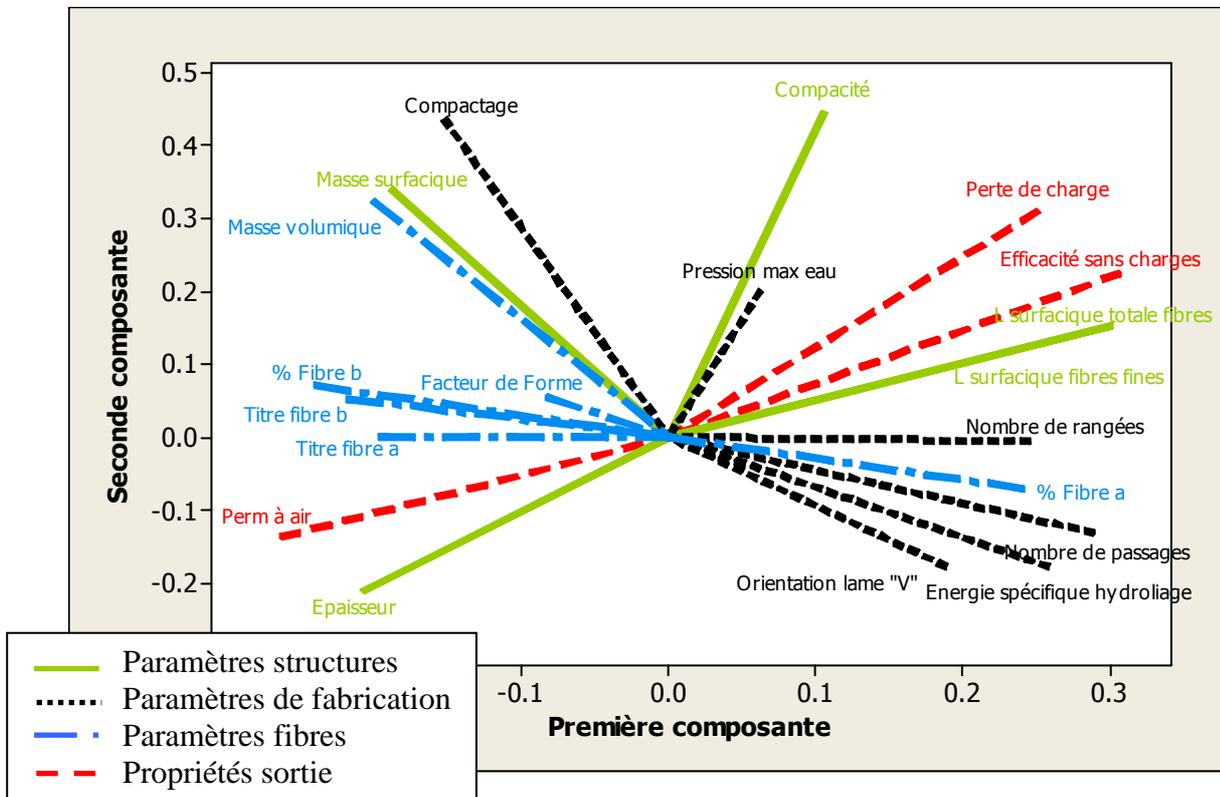


Figure III.29 - Analyse par composantes principales des différents paramètres

Les projections des paramètres fibres nous confirment que le pourcentage massique de fibre fine « a » (filtration) est proche de l'efficacité de filtration. Inversement, la projection du pourcentage massique de fibre grosse « b » (structuration) est plus proche de la perméabilité à l'air. Les projections des titres des fibres a et b montrent qu'augmenter le titre augmente la perméabilité à l'air. La projection du facteur de forme ne permet pas d'identifier une relation avec les propriétés de filtration.

Les projections des paramètres de fabrication, notamment l'orientation des lames en « V », le nombre de passages, le nombre de rangées et l'énergie spécifique d'hydroliage sont assez proches de l'efficacité, ce qui tend à montrer que leur effet n'est pas à négliger. Le compactage a une projection orthogonale à l'efficacité et la perméabilité à l'air.

Cette ACP nous permet, par une méthode statistique de retrouver et de confirmer des conclusions déjà observées.

### **III.4.2. Régression linéaire multiple**

La régression linéaire multiple nous permet de modéliser une propriété (réponse) à partir de plusieurs prédicteurs (paramètres) à l'aide de coefficients. Elle nous permet aussi de pondérer chaque facteur au travers des deux propriétés de filtration retenues, la perte de charge et l'efficacité de filtration [18, 19].

#### **III.4.2.1. Régression linéaire multiple sur l'efficacité de filtration**

Les résultats sont présentés dans le *Tableau III.14*. La colonne coefficient correspond aux valeurs de chaque coefficient des prédicteurs (paramètres) vérifiant la régression de type linéaire sur la réponse efficacité sans charges. La corrélation de cette équation est représentée sur la *Figure III.30*. Le coefficient  $R^2$  proche de 0,98 nous indique que la régression linéaire multiple est proche des résultats expérimentaux. On observe cependant que quelques points sortent de la tendance.

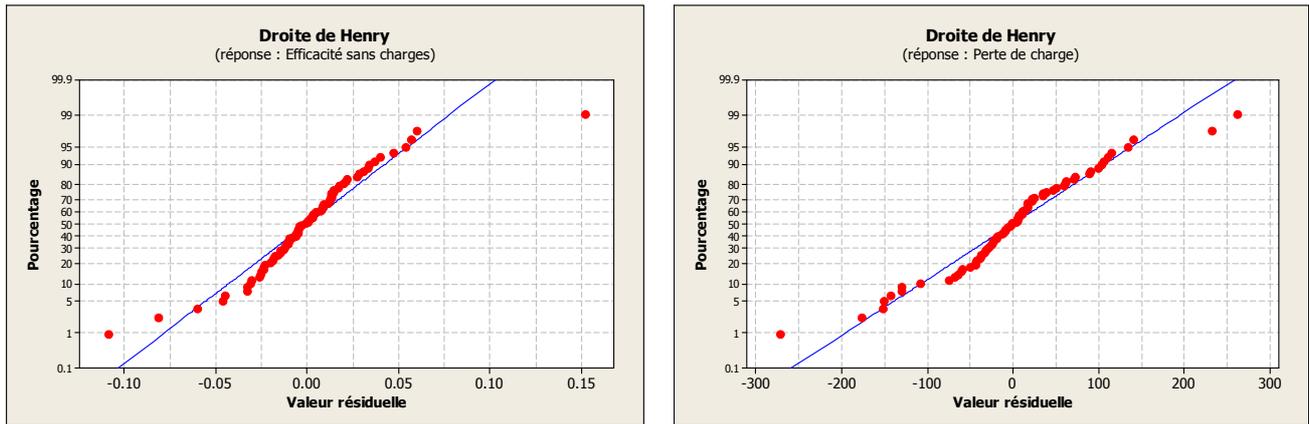


Figure III.30 – Droite de corrélation des modèles Efficacité et Perte de charge obtenus à partir de la régression linéaire multiple.

Les différents paramètres (ou prédicteurs) du Tableau III.14 sont classés par valeur absolue de T. C'est la valeur qui caractérise l'effet d'un prédicteur. Plus sa valeur absolue sera élevée, plus l'influence du prédicteur dans le modèle sera importante. Grâce à T on peut pondérer l'effet des différents prédicteurs.

Tableau III.14 - Résultats de la régression linéaire multiple pour l'efficacité de filtration

Prédicteurs	Coefficient	Ecart-Type Coefficient	T	p-value
Longueur surfacique de fibres totale	1,47E-04	1,28E-05	11,46	0%
Compacité	3,43E+00	5,27E-01	6,50	0%
Longueur surfacique de fibres fines	-5,17E-05	1,16E-05	-4,46	0%
Epaisseur	3,77E-01	9,29E-02	4,06	0%
Masse surfacique	-1,42E-03	3,72E-04	-3,82	0%
Masse volumique	2,37E-04	8,93E-05	2,65	1%
% fibre A	8,75E-02	4,81E-02	1,82	7%
Compactage	-6,71E-02	4,30E-02	-1,56	12%
Nombre de passages	1,95E-02	1,29E-02	1,51	14%
Titre fibre B	2,66E-03	1,86E-03	1,43	16%
Titre fibre A	-7,90E-03	7,23E-03	-1,09	28%
Pression max eau	1,75E-04	1,80E-04	0,97	33%
Facteur de forme	1,35E-02	2,35E-02	0,58	57%
Orientation lame "V"	4,48E-03	1,77E-02	0,25	80%
Nombre de rangées	3,03E-03	1,32E-02	0,23	82%
Energie spécifique hydroliage	3,00E-08	1,20E-07	0,23	82%
Constante	-1,00E+00	1,66E-01	-6,03	0%
R <sup>2</sup>	0.98			

Concrètement, la longueur surfacique de fibres semble être le paramètre qui a le plus d'effet sur l'efficacité de filtration, suivi de la compacité. Le signe indique la direction de la relation, ce qui est assez contradictoire dans le cas de la longueur surfacique des fibres fines. En effet, cela signifie qu'augmenter cette valeur diminuerait l'efficacité de filtration. Une autre valeur difficile à expliquer est la masse surfacique, qui, lorsqu'elle augmente diminue l'efficacité. Le fait est que dans nos essais nous avons délibérément diminué la masse surfacique pour le développement d'échantillons avec des fibres fines. Ce résultat montre donc la limite de fiabilité du modèle et n'a aucune signification physique pour ce critère. Néanmoins ce tableau nous permet de pondérer chaque paramètre étudié par ordre d'influence sur l'efficacité.

La valeur de p de chaque coefficient teste l'hypothèse nulle, c'est-à-dire qu'il ne produit aucun effet sur la réponse. Par conséquent, si les valeurs de p sont petites, cela peut souligner le caractère significatif du prédicteur par rapport au modèle. On voit que les prédicteurs longueur surfacique de fibres, compacité, épaisseur, masse surfacique et masse volumique sont les plus significatifs sur l'efficacité de filtration. On peut noter que des paramètres de fabrication comme le nombre de passage à l'hydroliage ou le compactage sont aussi significatifs. De même pour des paramètres fibres tels que la fraction massique ou encore le titre. Des paramètres que nous avons reconnus significatifs au cours de nos études expérimentales se retrouvent ici moins importants comme l'orientation des lames, le facteur de forme ou encore le nombre de rangées. Mais encore une fois, il s'agit d'un modèle statistique et nous devons nuancer les conclusions.

#### **III.4.2.2. Régression linéaire multiple sur la perte de charge**

Les données du modèle sont présentées dans le *Tableau III.15*. La représentation de la corrélation du modèle est disponible sur la *Figure III.30*. Le  $R^2$  de 0,941 est plus faible qu'avec l'efficacité de filtration mais reste tout à fait correct.

Le classement des effets montre que la longueur surfacique des fibres est encore ici le prédicteur le plus important du modèle. La masse surfacique a plus d'effet sur la perte de charge que la compacité. Encore une fois, les caractéristiques structurelles du nontissé sont les prédicteurs les plus significatifs. Mais, contrairement à l'efficacité de filtration, la longueur surfacique de fibres fines est peu significative. Les signes de chaque coefficient semblent en

accord avec les précédentes conclusions données pour l'efficacité de filtration, exceptée pour la longueur surfacique de fibres fines.

*Tableau III.15 - Résultats de la régression linéaire multiple pour la perte de charge*

Prédicteurs	Coefficient	Ecart-Type Coefficient	T	P
Longueur surfacique de fibres totale	1,84E-01	3,22E-02	5,72	0%
Masse surfacique	-4,20E+00	9,34E-01	-4,50	0%
Compacité	5,74E+03	1,32E+03	4,34	0%
Epaisseur	7,81E+02	2,33E+02	3,35	0%
Titre fibre A	4,45E+01	1,81E+01	2,45	2%
Pression max eau	-7,30E-01	4,52E-01	-1,61	11%
Nombre de rangées	5,13E+01	3,30E+01	1,55	13%
Orientation lame "V"	-6,23E+01	4,44E+01	-1,40	17%
% fibre A	-1,60E+02	1,21E+02	-1,32	19%
Compactage	1,40E+02	1,08E+02	1,29	20%
Nombre de passages	-1,33E+01	3,24E+01	-0,41	68%
Titre fibre B	-1,84E+00	4,67E+00	-0,39	70%
Energie spécifique hydroliage	-1,09E-04	2,89E-04	-0,38	71%
Facteur de forme	2,21E+01	5,90E+01	0,37	71%
Longueur surfacique de fibres fines	-6,82E-03	2,91E-02	-0,23	82%
Masse volumique	4,24E-02	2,24E-01	0,19	85%
Constante	-1,01E+03	4,17E+02	-2,43	2%
R <sup>2</sup>	0,941			

Pour conclure cette analyse statistique, nous pouvons dire qu'elle nous permet de confirmer des conclusions faites sur les résultats expérimentaux. Elle nous permet d'avoir une approche statistique sur la modélisation des propriétés de filtration en tenant compte des paramètres fibre, fabrication et structure. Les coefficients obtenus pondèrent l'effet de chaque paramètre et donnent des indications sur leur influence. Cependant, nous devons nuancer nos propos et nos conclusions car cela reste une analyse statistique, qui pourrait être complétée avec d'autres tests (ANOVA, Analyse des correspondances, plan d'expérience...).

### III.5. Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre l'influence de caractéristiques structurelles telles que la compacité du nontissé, le diamètre des fibres, le facteur de forme des fibres ou encore les mélanges de fibres sur les propriétés de filtration. L'expression de la longueur surfacique des fibres nous paraît plus adéquate au diamètre moyen de fibres pour étudier les relations avec l'efficacité de filtration et la perte de charge. En effet, avec ce critère, nous parlons de longueur de fibres en échange avec l'air. Cette expression peu utilisée en littérature montre un effet très marqué sur les propriétés de filtration d'après les analyses statistiques.

Nous avons montré qu'augmenter la longueur surfacique de fibres augmentait l'efficacité de filtration et diminuait la perméabilité à l'air. Il en va de même pour la compacité mais avec des effets moins importants après une certaine valeur (pour nous aux alentours de 20%) pour laquelle l'empilement des fibres devient maximal et ne permet plus une évolution des propriétés de filtration.

Concernant le facteur de forme des fibres, nous avons montré que des fibres à facteur de forme élevé comme la 4DG permettent d'améliorer l'efficacité par rapport à leur diamètre. Cependant, là où nous espérions un ratio perméabilité à l'air/efficacité meilleur que dans le cas de fibres circulaires, nous avons observé que l'écrasement de ces fibres 4DG lors de la fabrication empêchait l'écoulement du fluide.

Le résultat le plus important de ce chapitre reste celui que nous avons remarqué sur des mélanges de diamètres de fibres. En effet, nous avons montré qu'il est nécessaire d'avoir une certaine longueur de fibres surfaciques de fibres fines (filtrantes) pour obtenir l'efficacité voulue. En mélangeant des fibres plus grosses (structuration) avec ces fibres fines, nous conservons une efficacité identique avec une perméabilité à l'air plus élevée.

## Références Bibliographiques

- [1] U.S. *Synthetic Shipments, Imports and Consumption* – (2008), <http://www.fibereconomics.com/Organon/Org-p26.pdf>. Accédé le 11 Mai 2009.
- [2] C.N. Davies, *Filtration of aerosols* – (1983), *Journal of Aerosol Science*, vol. 14, pp. 147-161.
- [3] D. Bémer, R. Régnier, S. Callé, D. Thomas, X. Simon, J.C. Appert-Collin, *Performance des médias filtrants utilisés en dépoussiérage industriel* – (2006), INRS – Hygiène et sécurité du travail – Cahiers de notes documentaires ND 2241-202-06.
- [4] G.E.R. Lamb, P.A. Costanza, B. Miller, *Influences of fiber geometry on the performance of nonwoven air filters* – (1975), *Textile Research Journal*, 45, 452.
- [5] G.E.R. Lamb, P.A. Costanza, *Influences of fiber geometry on the performance of nonwoven air filters : Part II : Fiber Diameter and Crimp Frequency* – (1979), *Textile Research Journal*, 49, 79
- [6] M. S. Atwal, *Factors affecting the air resistance of nonwoven needle-punched fabrics* – (1987), *Textile Research Journal*, 57, 574.
- [7] S. Zobel, B. Maze, H.V. Tafreshi, Q. Wang, B. Pourdeyhimi, *Simulating permeability of 3-D calendered fibrous structures* – (2007), *Chemical Engineering Science*, 62, 6285.
- [8] O.B. Berkalp, *Air permeability & porosity in spun-laced fabrics* – (2006), *FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe*, Vol. 14, No. 3.
- [9] G. E. R. Lamb, P. A. Costanza, *Influences of fiber geometry on the performance of nonwoven air filters : Part III Cross-sectional shape* – (1980), *Textile Research Journal*, 50, 362.
- [10] F. O. Harris, *Deep-Grooved Fiber What is it ?* – (2000), *Fiber Innovation Technology*, <http://www.fitfibers.com/publications.htm>, Accédé en Mai 2007.
- [11] R. Bharadwaj, A. Patel, S. Chokdeepanich, G. G. Chase, *Oriented Fiber Filter Media* – (2008), *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, Special Issue 2008 – Filtration.
- [12] G. G. Chase, V. Beniwal, C. Venkataraman, *Measurement of uni-axial fiber angle in non-woven fibrous media* – (2000), *Chemical Engineering Science*, vol. 55, pp. 2151-2160.
- [13] C. L. Cox, P. J. Brown, J. C. Larzelere, *Simulation of C-CP Fiber-Based Air Filtration* – (2008), *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, Special Issue 2008 – Filtration.

- 
- [14] S. Bagrodia, B. M. Philipps, W.A. Haille, *Composite Fibrous Filters, International Patent* – (1997), WO 97/00114.
- [15] T. Sakano, Y. Otani, N. Namiki, H. Emi, *Particle collection of medium performance air filters consisting of binary fibers under dust loaded conditions* – (2000), *Separation and Purification Technology*, vol. 19, pp. 145-152.
- [16] K. Hotelling, *Analysis of a complex of statistical variables into principal components* – (1993), *Journal of Educational Psychology*, pp. 417 – 441.
- [17] H. Kaiser, *The varimax criterion for analytic rotation in factor analysis* – (1958), *Psychometrika*, Vol. 23, pp. 187 – 200.
- [18] P. Cornillon, E. Matzner-Lober, *Régression linéaire : Théorie, pratique & extensions (Statistiques & probabilités appliquées)* – (2006), Springer.
- [19] G. Baillargeon, *Probabilités, statistique et techniques de régression* – (1989), Les éditions SMG.



## **Chapitre IV – Associations de structures filtrantes**



## Chapitre IV. Associations de structures filtrantes

### Introduction

Plusieurs paramètres structures se sont révélés déterminants dans la compréhension des mécanismes de filtration. La réalisation de structures monocouches a permis d'identifier des paramètres comme le diamètre et la forme de section des fibres, la compacité de la structure mais aussi des effets de synergie dans le mélange de deux fibres. Ce chapitre traite de la mise en œuvre de structures composites dans la recherche d'une synergie entre les différentes monocouches composant le filtre. La première partie concerne la réalisation de structures à gradient de porosité et gradient de diamètres de fibres. La seconde partie concerne des structures alliant des parties hydrophiles et hydrophobes afin de favoriser une fonctionnalisation sur la partie hydrophile et un traitement électrostatique pour la filtration sur la partie hydrophobe. La dernière partie traite du développement de structures microfibrilles/nanofibrilles avec l'utilisation du procédé électrospinning dans la production de nanofibrilles.

### IV.1. Développement de structures à gradient de fibres

On trouve dans la littérature récente l'utilisation de filtres à gradient de porosité ou de fibres utilisés dans le secteur de l'automobile pour en faire des filtres à plus longue durée de vie grâce à un colmatage sélectif des particules par les fibres fines et grosses qui composent le filtre [1, 2, 3, 4]. Le sens de filtration s'effectue dans un seul sens pour ce genre de filtre, avec les fibres les plus grosses en contact direct avec l'air de façon à répartir le captage des particules au sein de la structure. Cependant aucun article ne semble en mesure d'apporter des éléments de réponse dans l'amélioration des propriétés de filtration initiales (hors colmatage).

#### IV.1.1. Matériel et méthodes

Les essais se déroulent sur les lignes pilotes présentées précédemment. L'objectif est de fournir deux structures 100% PET, une bicouche et une tri-couche, composées de monocouches formées par la carte, le nappeur et pré-consolidées par l'aiguilleuse et

contenant des mélanges de fibres 0,9 et 6,7 dTex. L'assemblage de ces structures sera réalisé lors de l'hydroliage. L'objectif est de viser un titre moyen de 1,5 dTex (11,5 µm) et une masse surfacique en sortie de pré-aiguilletage de 250 g/m<sup>2</sup> de façon à comparer ces résultats avec un échantillon monocouche 100% mono-diamètre (D2) et un échantillon avec un mélange 0,9/6,7 dTex (AE(D2)).

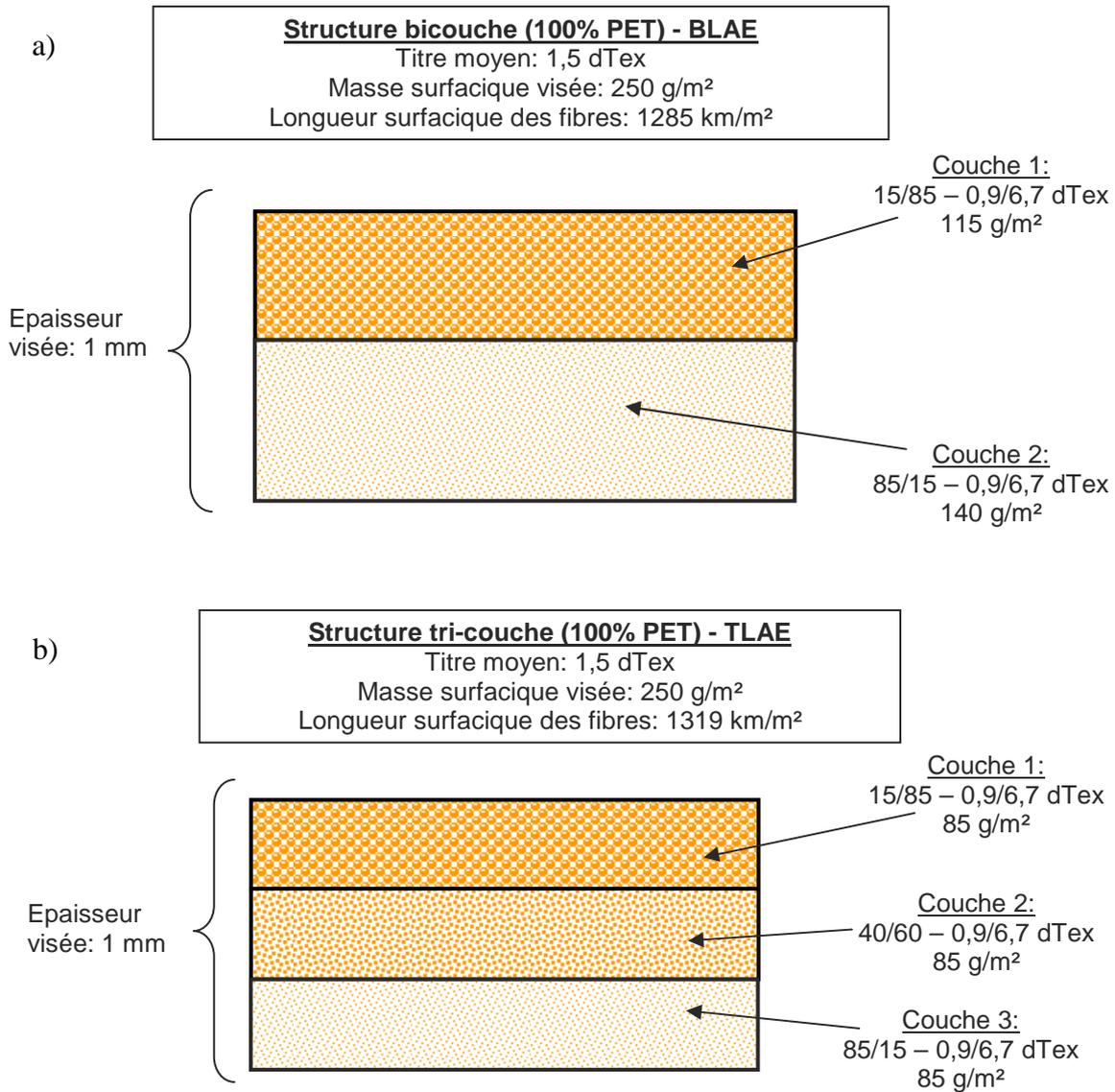


Figure IV.1 - Schéma des structures bi et tri-couches. a) Structure bicouche. b) Structure tri-couche.

La Figure IV.1 schématise les deux types de structures ainsi que les masses surfaciques et les mélanges en pourcentages nécessaires à la constitution de la structure finale. On voit qu'il est nécessaire de réaliser au préalable 5 monocouches avec des masses surfaciques de 85, 115 et 140 g/m<sup>2</sup> et des mélanges en proportions de 15/85 – 40/60 – 85/15 de 0,9/6,7 dTex.

L'épaisseur visée pour la structure finale est de 1 mm et pour obtenir ce résultat, les structures sont compactées. L'assemblage des monocouches lors de l'hydroliage se fait dans le sens haut/bas, c'est-à-dire avec les fibres les plus grosses les plus près des injecteurs haute pression.

Les caractéristiques structurelles obtenues sont résumées dans le Tableau IV.1. Les caractéristiques des deux références monocouches (D2 et AE(D2)) sont aussi présentées.

Tableau IV.1 - Caractéristiques structurelles des multicouches obtenus et des références

Référence	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Diamètre moyen fibres (µm)	Epaisseur (mm)	Compacité (%)	Longueur surfacique fibres fines (Km/m <sup>2</sup> )
D2	197 ± 8	11,5 ± 1,2	0,83 ± 0,02	17,24 ± 0,8	1310
AE(D2)	229 ± 6	11,7 ± 1,2	0,83 ± 0,03	19,99 ± 0,6	1394
BLAE	195 ± 9	11,8 ± 1,2	0,80 ± 0,06	17,66 ± 0,9	1543
TLAE	200 ± 4	11,8 ± 1,2	0,80 ± 0,03	18,12 ± 0,4	1493

La masse surfacique obtenue est très proche de la référence D2 tandis que la référence AE(D2) a une masse surfacique proche des 230 g/m<sup>2</sup> ce qui a pour conséquence une compacité plus élevée de 20% par rapport aux trois autres structures comprise entre 17 et 18%. Le diamètre moyen des fibres est très proche de l'objectif des 11,5 µm (ou 1,5 dTex). L'épaisseur est inférieure à 1 mm mais cependant, les quatre échantillons sont quasiment identiques sur cette caractéristique.

La Figure IV.2 présente des images MEB de l'échantillon tri-couche en vue de dessus et de dessous.

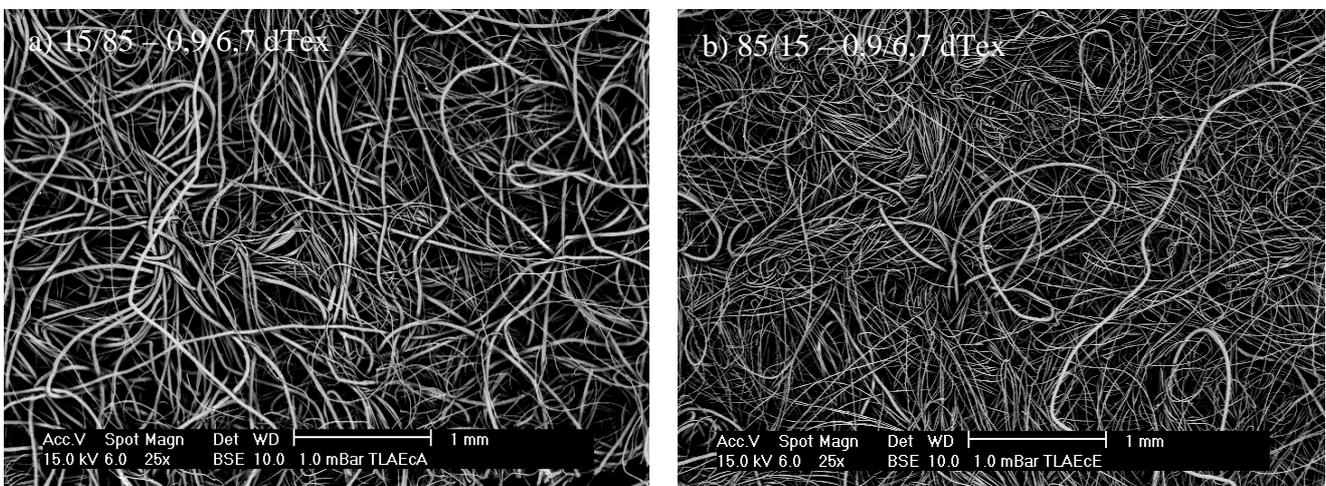
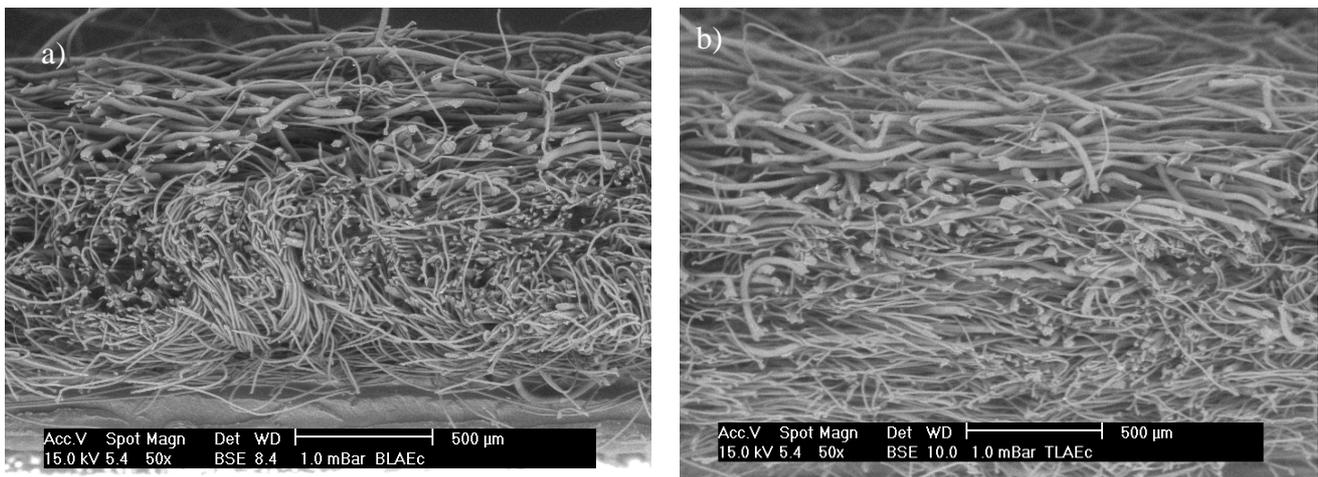


Figure IV.2 - Images MEB de l'échantillon tri-couche. a) Vue de dessus. b) Vue de dessous

Ces images nous montrent que les proportions de fibres 0,9 et 6,7 dTex sont bien respectées entre la couche supérieure et la couche inférieure. En effet, la proportion de fibres fines est plus importante sur la couche inférieure que la couche supérieure. Cela nous indique que l'étape d'assemblage n'a pas altéré les mélanges et n'a pas modifié les proportions de fibres entre les différentes monocouches.

La *Figure IV.3* présente des images MEB en coupe des multicouches. Sur l'échantillon bicouche, le gradient de fibres est nettement visible avec une quantité de fibres 6,7 dTex plus importante au dessus qu'en dessous. De plus, il semble que la compacité soit plus faible dans la couche supérieure que dans la couche inférieure. Sur l'échantillon tri-couche, le gradient entre la couche inférieure et supérieure est aussi visible ; cependant on a plus de mal à distinguer la couche du milieu avec le mélange 40/60 – 0,9/6,7 dTex. De même, la compacité semble augmenter avec l'augmentation de fibres fines.



*Figure IV.3 - Images MEB en coupe des multicouches. a) Bicouche. b) Tri-couche.*

#### IV.1.2. Résultats et discussions

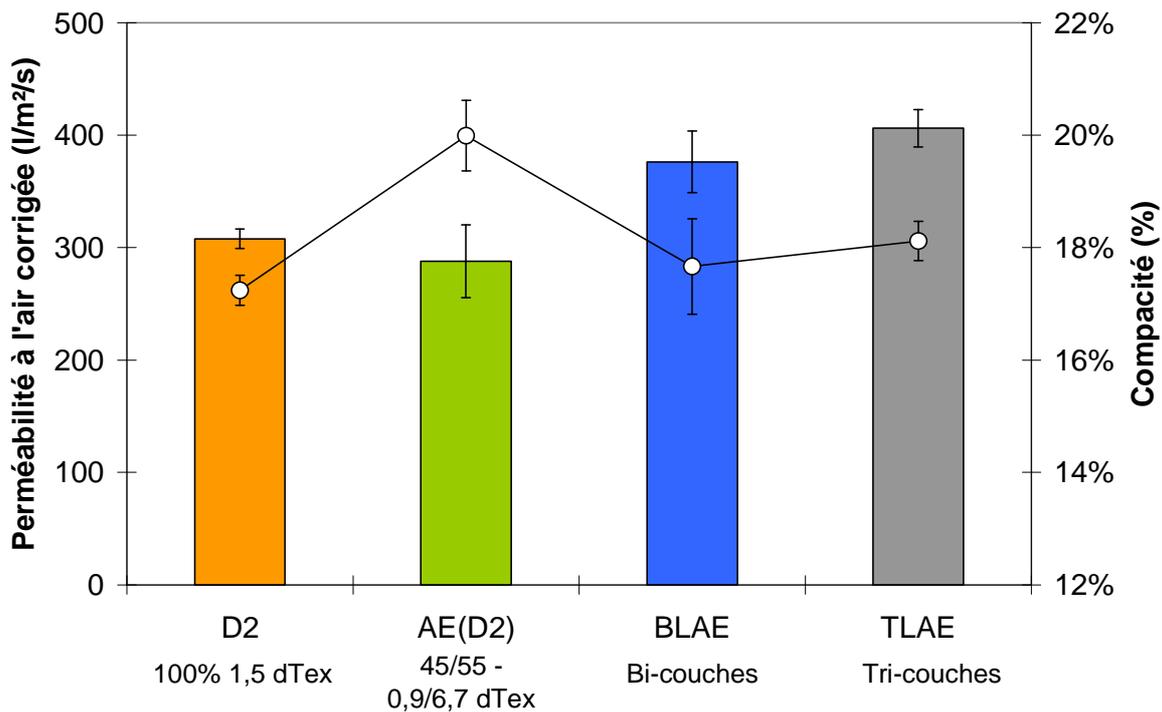
Le *Tableau IV.2* présente les résultats de filtration corrigés des structures obtenues. Un seul test d'efficacité a été effectué et cinq tests pour la perméabilité à l'air.

*Tableau IV.2 - Propriétés corrigées de filtration obtenues sur les multicouches et les références.*

Référence	Efficacité Corrigée (%)	Perméabilité à l'air corrigée (l/m <sup>2</sup> /s)
D2	22,63%	308 ± 19
AE(D2)	12,75%	288 ± 32
BLAE	21,74%	376 ± 27
TLAE	18,74%	406 ± 17

On remarque que l'efficacité de la couche référence D2 est quasiment identique (si l'on considère une certaine incertitude) aux bicouches et tri-couches. Les multicouches ont des efficacités supérieures à l'échantillon de référence de type mélange 0,9/6,7 dTex. Par contre pour une efficacité équivalente à D2, les multicouches ont une meilleure perméabilité à l'air. Le mélange monocouche est celui qui a la plus faible efficacité et la plus faible perméabilité à l'air. C'est sûrement dû à la compacité plus élevée par rapport aux autres échantillons.

La *Figure IV.4* montre les résultats de perméabilité à l'air en fonction de la compacité. Les résultats montrent que pour les multicouches, les compacités étant quasiment identiques en tenant compte des écart-types, il en va de même pour la perméabilité à l'air. La différence significative de compacité entre le mélange AE(D2) et D2 n'explique pas le faible écart de perméabilité à l'air. L'arrangement fibreux en gradient aurait donc permis d'améliorer la perméabilité à l'air en développant une structure plus ouverte à certains endroits où les fibres sont plus grosses et plus fermée là où les fibres fines sont majoritaires.



*Figure IV.4 - Perméabilité à l'air corrigée des structures multicouches et des références en fonction de la compacité*

La *Figure IV.5* présente les résultats d'efficacité corrigée en fonction de la longueur surfacique de fibres fines. Ce paramètre a été identifié dans le chapitre 3 comme un paramètre influent lorsque l'on parle de compositions en mélange. Il avait été montré que plus la longueur surfacique de fibres fines est importante, plus l'efficacité de filtration est élevée. Les

résultats obtenus sur ce graphique ne vont pas dans ce sens car c'est l'échantillon D2 qui possède la plus faible longueur surfacique de fibres qui a la plus grande efficacité. Concernant les deux multicouches il semblerait que TLAE ayant une plus faible longueur surfacique de fibres soit moins efficace. Toutefois l'efficacité du bicouche BLAE est quasiment identique à celle de D2 avec rappelons-le une meilleure perméabilité à l'air.

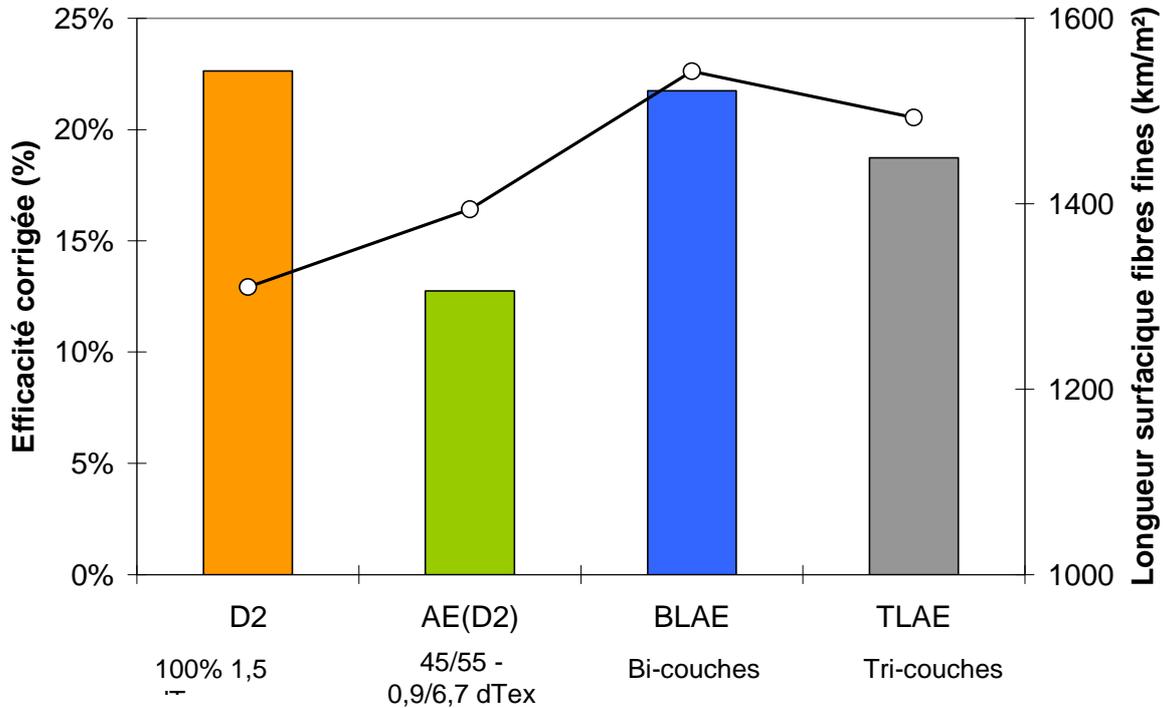


Figure IV.5 - Efficacité corrigée des structures multicouches et des références en fonction de la longueur surfacique de fibres fines

Afin de déterminer s'il y a un intérêt à utiliser ce type de structure, nous allons comparer les facteurs de qualité des quatre échantillons (Figure IV.6). Les résultats montrent que pour les structures multicouches, les facteurs de qualités correspondant à une efficacité de filtration initiale et une perte de charge initiale sont meilleurs que les échantillons de référence. Cela indique que pour une même efficacité, la perte de charge est plus faible et inversement. Les nontissés filtrants multicouches présentent donc un avantage à être développés en multicouche grâce à un gradient de compacité et de diamètre de fibres qui permet d'améliorer l'écoulement de l'air autour des fibres tout en conservant une efficacité équivalente à un échantillon monocouche. Cela ajoute donc un intérêt à ce type de structure en plus des résultats présentés dans la littérature qui montrent de meilleures capacités de rétention de particules grâce à un colmatage sélectifs de ces dernières.

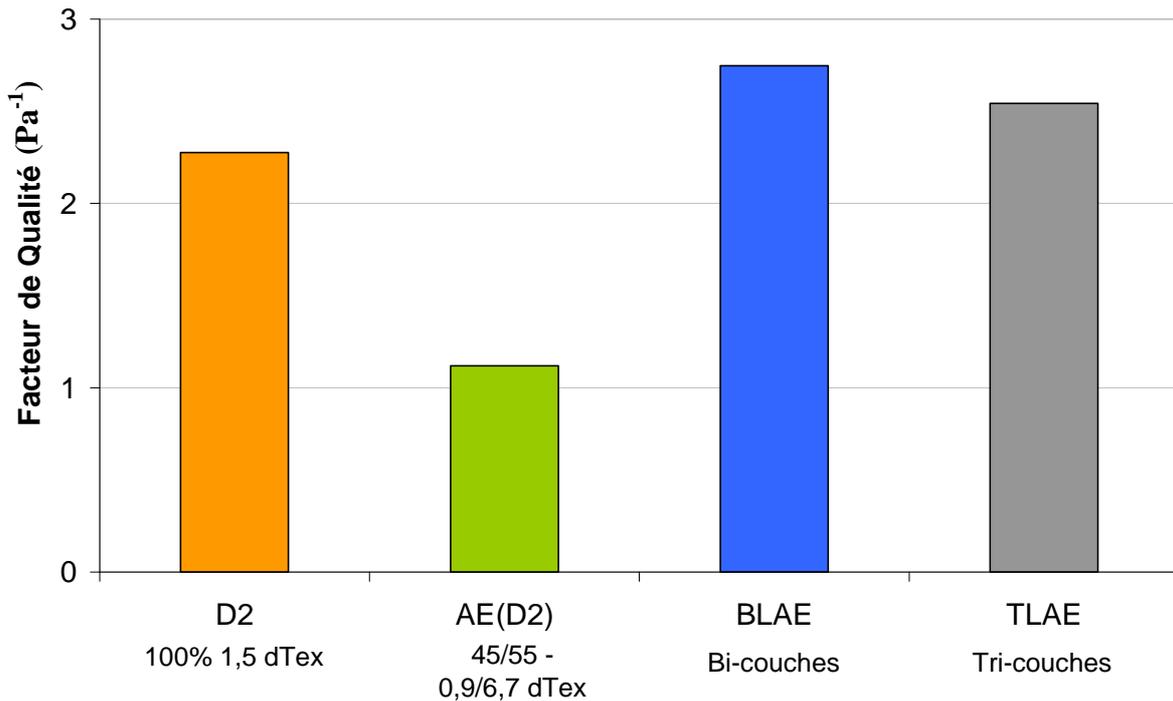


Figure IV.6 - Comparaison des facteurs de qualité entre références et multicouches

## IV.2. Structures multifonctionnelles

L'objectif est de développer des structures multicouches permettant de répondre à la problématique de la fonctionnalisation et du traitement électrostatique. Nous avons vu dans le chapitre 1 que fonctionnaliser un filtre électret pouvait faire disparaître la charge électrostatique et donc diminuer l'efficacité de filtration.

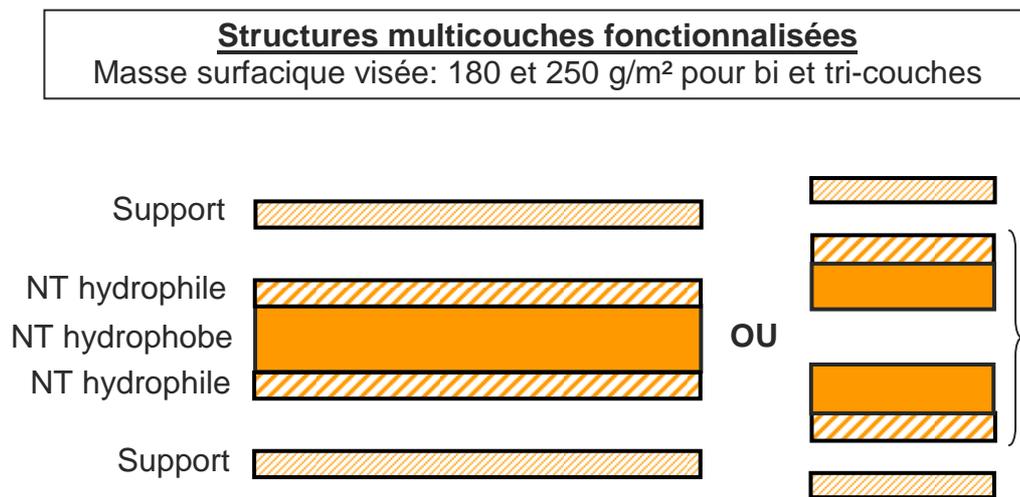
L'idée est de développer des structures multicouches hydrophiles/hydrophobes. La partie hydrophile sera utilisée pour la fonctionnalisation et la partie hydrophobe pour le traitement électrostatique. En effet, pour des raisons d'accrochage, de diffusion, de répartition et de durabilité des traitements, l'utilisation de fibres hydrophiles est plus appropriée.

L'important, en vue de ne pas détruire le traitement électrostatique est d'empêcher la migration de fibres hydrophiles dans la partie hydrophobe. La mise en œuvre et l'assemblage de ces structures lors de la fabrication est donc primordiale.

### IV.2.1. Mise en œuvre des structures

Les nontissés sont développés sur la même ligne pilote que les précédents essais. Les fibres hydrophobes utilisées sont le PET de 0,9 dTex et le PP de 1,7 dTex. La fibre hydrophile utilisée est le Lyocell (1,7 dTex) qui est une fibre cellulosique obtenue à partir de pulpe de bois de la famille des viscoses [5]. Aux fibres de Lyocell sera rajouté une fibre low-melt (coPET) de 2,2 dTex sur certains produits afin de bloquer la structure hydrophobe et d’empêcher les fibres hydrophiles de s’y retrouver. En effet, ces fibres à bas point de fusion fondent lors du passage dans le four, créant ainsi des pontages entre les fibres. Il est évident que les fibres hydrophobes utilisées en filtration ne sont pour l’instant pas assez fines pour être efficaces, mais le premier objectif de cette étude est de vérifier la potentialité de ces structures.

Les structures sont tri-couche ou bicouche et représentées selon le schéma de la Figure IV.7.



*Épaisseur visée: 1 mm – Le support ici sert de protection*

*Figure IV.7 - Représentation schématique des structures multicouches fonctionnelles*

La masse surfacique visée en sortie de pré-aiguilletage pour les structures bicouches est de 180 g/m<sup>2</sup> et pour les structures tri-couches de 250 g/m<sup>2</sup>. L’épaisseur visée au final est de 1 mm.

Pour développer et assembler ces structures, quatre monocouches (2 hydrophiles et 2 hydrophobes) sont fabriquées puis ensuite assemblées, les caractéristiques des monocouches sont résumées dans le Tableau IV.3.

Tableau IV.3 - Caractéristiques visées des monocouches

Référence	Composition	Titre moyen (dTex)	Masse surfacique visée (g/m <sup>2</sup> )
SL1a	100 % Lyocell	1,7	80
SL1b	90/10 - Lyocell/Low-melt	1,74	80
SL2a	100% Polypropylène	1,7	90
SL2b	100% Polyester	0,9	90

L'assemblage se réalise grâce à l'hydroliage et afin d'éviter les mélanges de fibres hydrophiles dans la partie hydrophobes, la partie hydrophobe sera orientée dans le sens des injecteurs. Le schéma de la Figure IV.8 présente l'assemblage des structures monocouches.

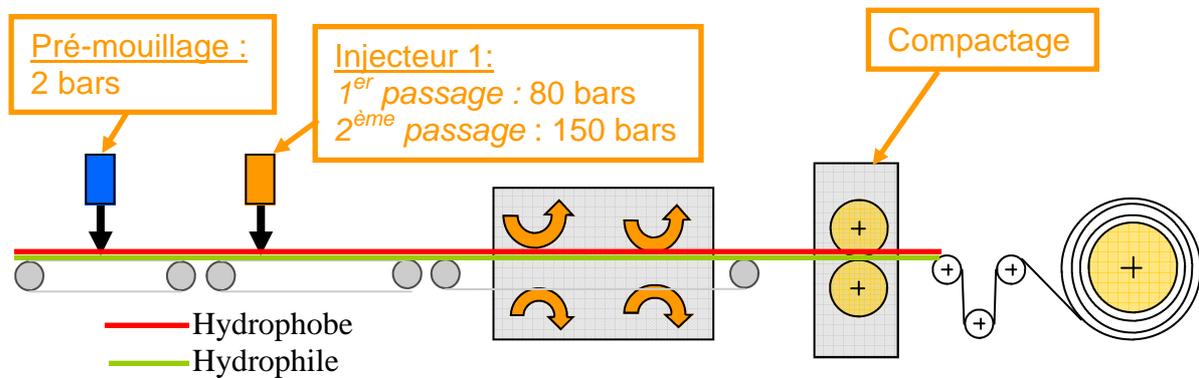


Figure IV.8 - Schéma de la mise en œuvre des structures multicouches fonctionnelles

L'assemblage s'effectue en deux passages sur le même injecteur, la première fois réglé sur 80 bars et la seconde fois sur 150 bars avec la partie hydrophobe orientée vers le haut.

L'assemblage des monocouches mène à la réalisation de six structures, quatre bicouches et deux tri-couches, dont les caractéristiques structures sont résumées dans le Tableau IV.4.

Tableau IV.4 - Caractéristiques structurelles des structures multicouches fonctionnelles

Désignation	Composition	Titre moyen (dTex)	Diamètre moyen (µm)	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Epaisseur 1 kPa (mm)	Compacité (%)	Longueur surfacique (km/m <sup>2</sup> )
BLaa	53/47 - Lyocell/PP	1,87	13,13	176 ± 3	0,86 ± 0,03	14,87 ± 0,3	1035
BLab	53/47 - Lyocell/PET	1,26	10,77	178 ± 3	0,79 ± 0,02	16,25 ± 0,3	1485
BLba	5/48/47 - LM/Lyocell/PP	1,87	13,13	168 ± 3	0,88 ± 0,04	13,94 ± 0,5	979
BLbb	5/48/47 - LM/Lyocell/PET	1,26	10,77	159 ± 3	0,78 ± 0,02	14,79 ± 0,4	1316
TLaaa	72/28 - Lyocell/PP	1,99	13,55	265 ± 3	1,08 ± 0,04	17,85 ± 0,5	1558
TLbab	7/65/28 - LM/Lyocell/PP	1,99	13,55	241 ± 3	1,09 ± 0,02	15,95 ± 0,3	1394

Les masses surfaciques obtenues sont proches de celles visées en sortie de pré-aiguilletage et l'épaisseur des structures tri-couches est proche de 1 mm. On remarque que les nontissés comprenant de la low-melt sont moins compacts que les autres. Cela signifie que la fibre low-

melt a un effet sur la structure, on pense notamment à une structure mieux consolidée mécaniquement et dimensionnellement. La fibre low-melt permet d'avoir une structure plus ouverte comme le ferait une fibre grosse. Les diamètres moyens obtenus sont compris entre 10 et 14  $\mu\text{m}$  ce qui nous indique que l'efficacité de filtration ne sera pas élevée.

La Figure IV.9 présente des photos MEB d'une structure bicouche. L'observation au microscope nous confirme grâce à la méthode de fabrication utilisée pour l'assemblage qu'aucune fibre hydrophile n'est présente dans la partie hydrophobe. Sur la face de dessous (partie hydrophile), on a la présence de deux fibres, hydrophiles en blanc et hydrophobe en gris. Ces résultats sont équivalents pour tous les nontissés développés.

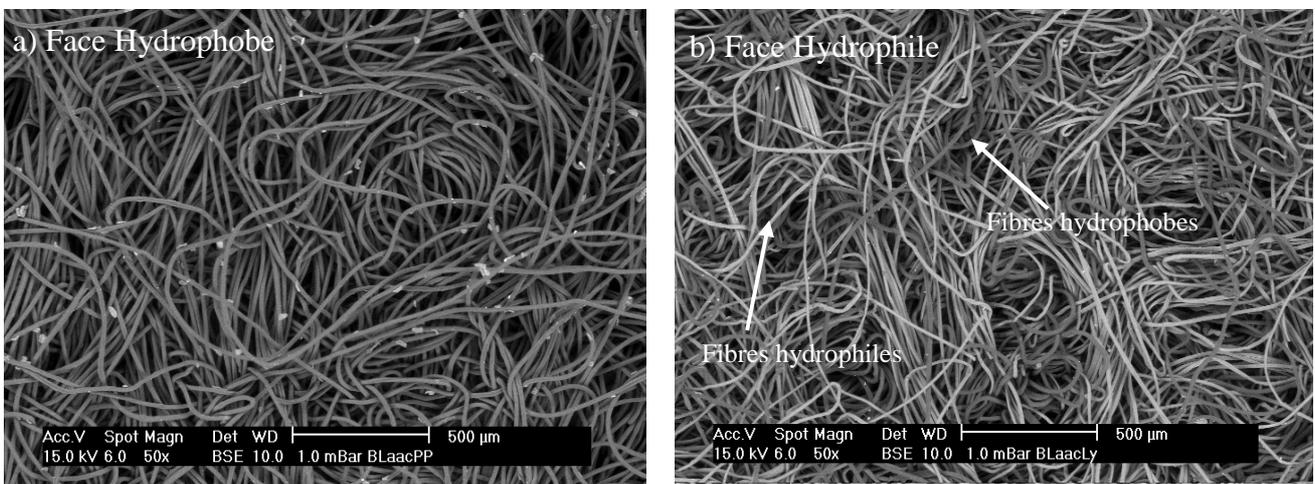


Figure IV.9 - Photos MEB de la structure bicouche Lyocell/PP. a) Vue de dessus face Hydrophobe. B) Vue de dessous face Hydrophile.

Le même résultat est visible en coupe sur la Figure IV.10.

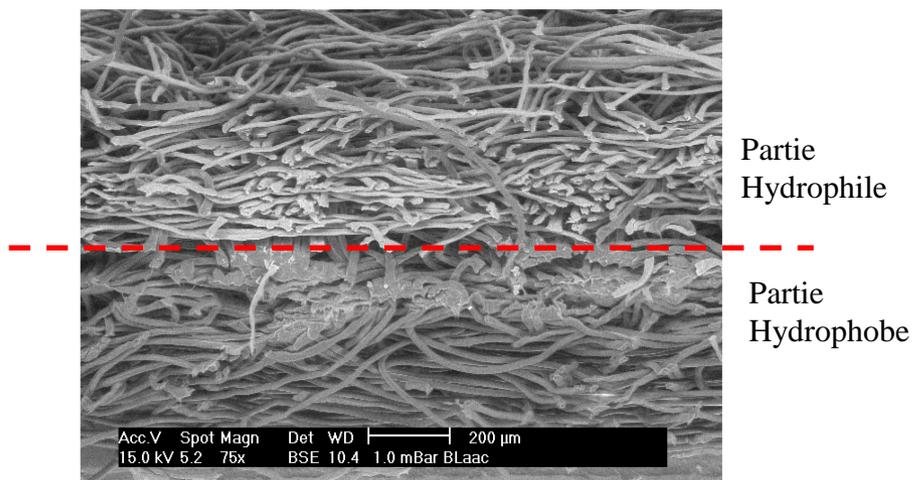


Figure IV.10 - Vue en coupe d'un échantillon bicouche hydrophile/hydrophobe

### IV.2.2. Résultats et discussions

Pour confirmer les résultats obtenus en microscopie, nous avons réalisé la teinture des bicouches et tri-couches avec un colorant qui se fixe uniquement sur des fibres cellulosiques. Nous avons observé après teinture une fixation uniquement sur le Lyocell et aucun changement de coloris sur les parties hydrophobes. L'interface est nettement distincte grâce à la teinture et montre bien les deux couches. De plus un test à la goutte d'eau nous confirme qu'il n'y a pas eu de mélange intime des fibres lors de la fabrication. Car si l'on a peu de fibres hydrophiles dans la partie hydrophobe, la goutte ne mouille pas et si l'on a peu de fibres hydrophobes dans la partie hydrophile, la goutte ne mouille pas non plus. Sur la Figure IV.11 on voit que la goutte est absorbée dans la partie hydrophile donc il n'y a pas eu de mélange de fibres hydrophobes dans la partie hydrophile.



Figure IV.11 - Photos des structures après teinture et test de mouillage à la goutte d'eau

Le Tableau IV.5 présente les propriétés de filtration obtenues avec l'aérosol d'huile de paraffine pour les échantillons multicouches fonctionnelles. Aucun traitement fonctionnel ou électrostatique n'a été effectué sur les échantillons.

Tableau IV.5 - Propriétés de filtration des multicouches fonctionnelles

Désignation	Perméabilité à l'air (l/m <sup>2</sup> /s)	Efficacité Paraffine
BLaa	359 ± 19	18,24% ± 0,4%
BLab	376 ± 19	18,46% ± 0,4%
BLba	443 ± 15	17,77% ± 0,4%
BLbb	476 ± 25	17,59% ± 0,4%
TLaaa	229 ± 12	22,22% ± 0,39%
TLbab	291 ± 15	21,87% ± 0,47%

On remarque que les échantillons contenant de la low-melt sont plus perméables à l'air que les autres. Ce résultat rejoint les valeurs de compacité observées. On observe aussi que les échantillons avec les fibres plus fines de PET 0,9 dTex ne sont pas plus efficaces en filtration que les échantillons avec le PP 1,7 dTex. On pourrait expliquer cela par la possibilité que les fibres PP soient légèrement chargées électrostatiquement suite aux étapes de fabrication mais aucune manipulation n'a été faite pouvant confirmer ces suppositions.

Les résultats ne sont pas exprimés en fonction de l'épaisseur car entre les bicouches la différence d'épaisseur n'est pas significative, il en va de même pour les tri-couches entre eux.

La Figure IV.12 présente les résultats de perméabilité à l'air des structures en fonction de la compacité. Les écart-types obtenus nous montrent des structures très homogènes. On voit visuellement que pour les trois échantillons low-melt, les valeurs de perméabilité à l'air sont meilleures car cela correspond à une compacité plus faible. Les valeurs de compacité et les masses surfaciques différentes expliquent la grande différence de perméabilité à l'air entre des structures bicouches et tri-couches. Cependant, un résultat plus difficile à expliquer est celui des valeurs de perméabilité des échantillons PET. En effet, la fibre est plus fine, les échantillons plus compacts que les équivalents bicouches en PP et pourtant la perméabilité à l'air est meilleure. Une meilleure organisation et répartition des fibres PET par rapport au PP lors de l'hydroliage pourrait peut-être l'expliquer car les fibres PET s'entremêlent mieux puisqu'elles sont plus hydrophiles que le PP.

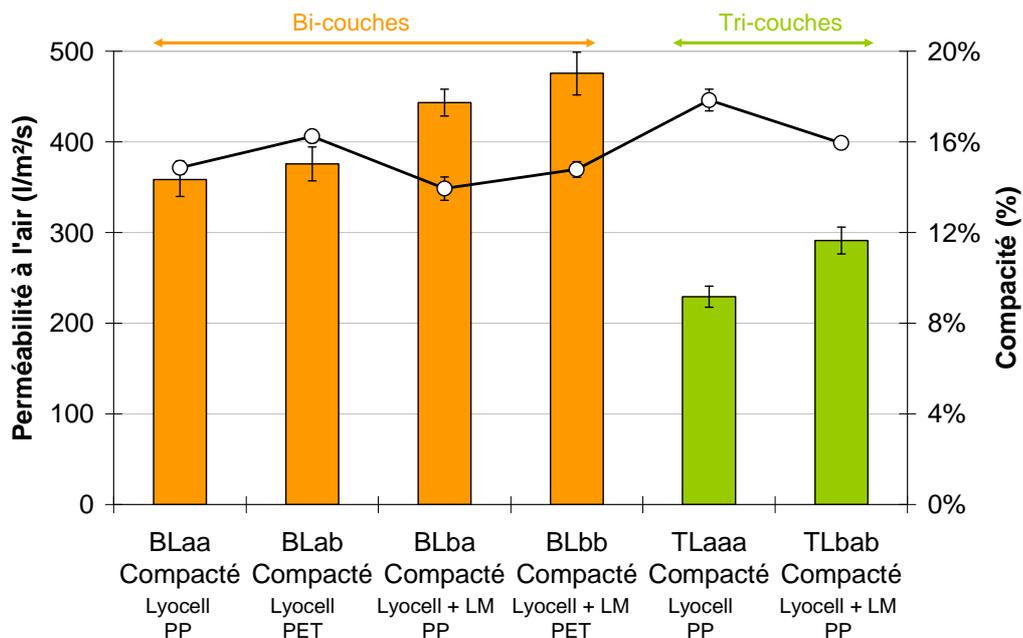


Figure IV.12 - Résultats de perméabilité à l'air des structures multicouches fonctionnelles en fonction de la compacité

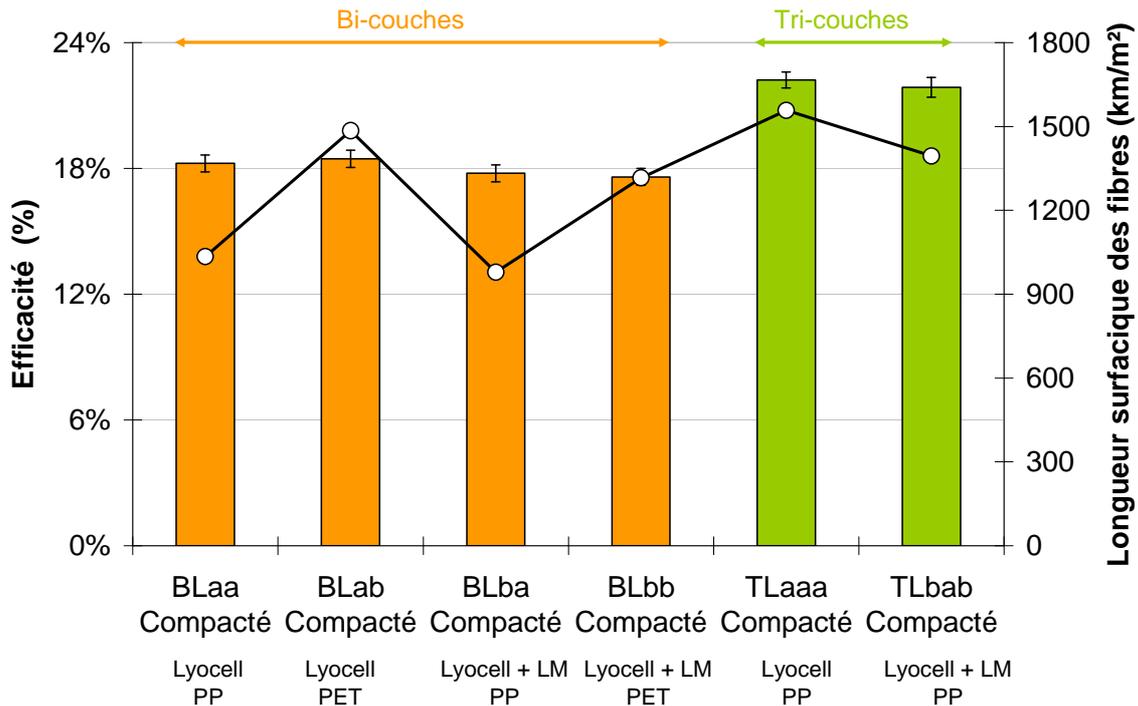


Figure IV.13 - Efficacité de filtration des structures multicouches fonctionnelles en fonction de la longueur surfacique des fibres

La Figure IV.13 présente les résultats d'efficacité en fonction de la longueur surfacique des fibres. Les écart-types montrent une très bonne homogénéité des structures. Les quatre bicouches ont quasiment la même efficacité de filtration de même pour les deux tri-couches. Pourtant les longueurs surfaciques de fibres sont plus élevées avec les échantillons PET que les échantillons PP. Peut-être que l'explication concernant la charge de fibres PP lors de la fabrication démontrerait ce résultat, mais aucune manipulation ne vient appuyer cette issue. Le fait est qu'avec une même efficacité mais avec des perméabilités à l'air plus élevées, les échantillons contenant de la low-melt se montrent plus intéressants avec un meilleur ratio perméabilité/efficacité. L'utilisation de cette fibre se montre donc intéressante car elle permet de structurer les échantillons afin de laisser écouler l'air plus facilement et conserver une efficacité de filtration des particules.

En conclusion sur cette partie, nous montrons qu'il est possible de réaliser des structures bicouches ou tri-couches comprenant une ou deux parties hydrophiles et une partie hydrophobe. L'utilisation de fibre low-melt montre de l'intérêt dans la recherche d'un meilleur compromis entre perméabilité et efficacité grâce à la structuration du nontissé.

### **IV.3. Développement de structures composites microfibres/nanofibres**

Dans le chapitre 3, nous avons montré que diminuer la finesse des fibres augmentait l'efficacité de filtration au détriment de la perméabilité à l'air mais que selon la mise en œuvre du non tissé filtrant on pouvait gagner en compromis des deux propriétés physiques. Un des moyens d'obtenir des fibres en dessous du micron est d'utiliser des fibres bicomposantes « îles en mer » avec plus de 600 îles que ce soit avec la formation du voile par cardage ou par meltblown [6]. Cependant un autre procédé existe et permet la production de voiles avec des diamètres de fibres compris entre 3 et 1000 nm, il s'agit de l'électrospinning [7]. La production de ce type de structure nécessite un assemblage avec des structures apportant de meilleures propriétés mécaniques dans le support du voile. C'est le cas par exemple des structures SMS (Spunbond Meltblown Spunbond) utilisées dans les masques respiratoires vues dans le chapitre 1.

L'objectif de cette étude est de développer des voiles d'électrospinning déposés sur des supports microfibres et d'étudier la possibilité d'utiliser ce procédé en filtration de l'air et de développer des structures multicouches avec des nanofibres et microfibres.

#### **IV.3.1. Mise en œuvre des structures**

L'objectif est de réaliser différents voiles d'électrospinning déposés sur des supports différents. Les paramètres évalués sont :

- L'influence du support sur les propriétés de filtration
- L'influence du type de polymère utilisé
- L'influence de la masse surfacique
- L'influence des charges électrostatiques
- L'influence du diamètre des fibres

Le Tableau IV.6 résume les différentes propriétés étudiées. On remarque pour l'instant que seul le support spunbond est étudié, en effet au niveau de la filtration, on considèrera que ce support a des propriétés que l'on peut négliger par rapport à celles des voiles electrospinning déposés. Cela nous permet notamment de considérer et d'avoir une évaluation de chaque couche d'électrospinning.

Deux diamètres de fibres sont utilisés, 100 nm et 250 nm, des photos MEB viendront vérifier les objectifs et les masses surfaciques vont de 0,07 à 0,8 g/m<sup>2</sup>. Les deux polymères utilisés sont le polyamide 6 (PA6) et le polyamide 6-6 (PA66).

*Tableau IV.6 - Résumé des propriétés et paramètres visés pour chaque échantillon*

Références	Type de Support	Polymère utilisé	Diamètre de fibres visé (nm)	Masse surfacique visée (g/m <sup>2</sup> )
SBPP25 PA6 0.2	Spunbond PP 25 g/m <sup>2</sup>	Polyamide 6 (PA6)	250 nm	0,2
SBPP25 PA6 0.4				0,4
SBPP25 PA6 0.8				0,8
SBPP38 PA6 0.2	Spunbond PP 38 g/m <sup>2</sup>			0,2
SBPP38 PA6 0.4				0,4
SBPP38 PA6 0.8				0,8
SBPP25 PA66 0.2	Spunbond PP 25 g/m <sup>2</sup>	Polyamide 6-6 (PA66)	100 nm	0,2
SBPP25 PA66 0.4				0,4
SBPP25 PA66 0.8				0,8
SBPP38 PA66 0.2	Spunbond PP 38 g/m <sup>2</sup>			0,2
SBPP38 PA66 0.4				0,4
SBPP38 PA66 0.8				0,8
SBPP38 PA66 0.07		0,07		

La mise en œuvre de ces structures n'est pas réalisée au laboratoire GEMTEX à l'ENSAIT et c'est dans le cadre d'un partenariat avec l'université de Gand, que le Vakgroep Textielkunde a réalisé nos structures.

La solution de PA66 est préparée avec une concentration en masse de 10% dans de l'acide formique et la solution de PA6 est préparée avec une concentration en masse de 8% dans du diméthyle acétamide.

La masse surfacique n'est pas mesurée directement, le département textile de Gand utilise des modèles afin de prédire la masse surfacique finale des structures. A noter qu'il est très difficile de vérifier cette masse surfacique étant donné les valeurs très faibles.

Le voile d'électrospinning est déposé directement sur les supports spunbond qui sont disposés au préalable sur le collecteur, il n'y a donc pas vraiment d'association entre les deux structures.

Le Tableau IV.7 résume les caractéristiques structurelles obtenues uniquement sur les voiles d'électrospinning. La masse surfacique obtenue n'a pu être vérifiée, on se base donc sur le modèle de l'université de Gand. L'épaisseur est aussi issue du même modèle, il est encore plus difficile de vérifier celle-ci même en utilisant un microscope électronique à balayage.

Tableau IV.7 - Caractéristiques structurelles obtenues sur les voiles d'electrospinning

Références	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Epaisseur (µm)	Diamètre fibres (nm)	Compacité	Longueur surfacique des fibres (km/m <sup>2</sup> )
SBPP25 PA6 0.2	0,2	5	230 ± 30	3,54%	3636
SBPP25 PA6 0.4	0,4	10	230 ± 30	3,54%	7273
SBPP25 PA6 0.8	0,8	20	230 ± 30	3,54%	14545
SBPP38 PA6 0.2	0,2	5	230 ± 30	3,54%	3636
SBPP38 PA6 0.4	0,4	10	230 ± 30	3,54%	7273
SBPP38 PA6 0.8	0,8	20	230 ± 30	3,54%	14545
SBPP25 PA66 0.2	0,2	5	230 ± 30	3,51%	3571
SBPP25 PA66 0.4	0,4	10	230 ± 30	3,51%	7143
SBPP25 PA66 0.8	0,8	20	230 ± 30	3,51%	14286
SBPP38 PA66 0.2	0,2	5	230 ± 30	3,51%	3571
SBPP38 PA66 0.4	0,4	10	230 ± 30	3,51%	7143
SBPP38 PA66 0.8	0,8	20	230 ± 30	3,51%	14286
SBPP38 PA66 0.07	0,07	1,75	100 ± 20	3,51%	7813

Le diamètre des fibres obtenu est proche de celui visé, diamètre mesuré à l'aide d'images comme celle de la Figure IV.14. L'écart-type faible montre une homogénéité du diamètre des fibres. Malgré que le diamètre de fibre obtenu soit homogène, les incertitudes sur la masse surfacique et l'épaisseur ne peuvent nous assurer que les structures sont homogènes.

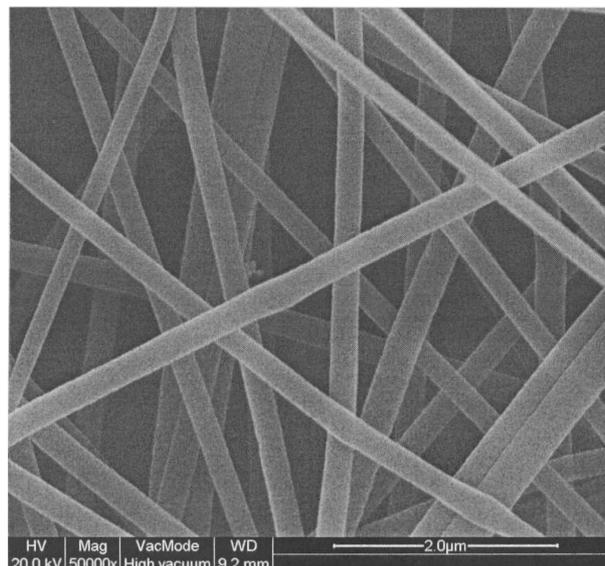


Figure IV.14 - Image MEB grossie 50000 fois pour mesurer le diamètre des fibres

La compacité des médias est très faible puisqu'aux alentours de 3,5 %, mais avec comme on peut le remarquer une longueur surfacique de fibres très élevée, supérieure à beaucoup

d'échantillons microfibrilles que nous avons développés jusqu'à maintenant. Cela peut nous amener à des résultats de perméabilité à l'air/efficacité de filtration intéressants.

## IV.3.2. Résultats et discussions

### IV.3.2.1. Analyses en microscopie électronique

A l'aide des images MEB présentées dans la Figure IV.15a, nous pouvons conclure qu'il n'y a pas d'adhésion entre le support spunbond PP et le voile d'électrospinning. Il nous a été difficile de manipuler les échantillons à cause de cette mauvaise adhésion.

Sur la Figure IV.15b, on remarque deux choses, la première est que toutes les particules sont collectées par le voile d'électrospinning. Cela confirme que l'on peut uniquement considérer cette couche dans nos résultats. La deuxième chose est la capacité du voile d'électrospinning d'épouser les formes de son support et de suivre toutes les irrégularités. C'est explicable par l'utilisation de fibres aussi fines et par les masses surfaciques des structures.

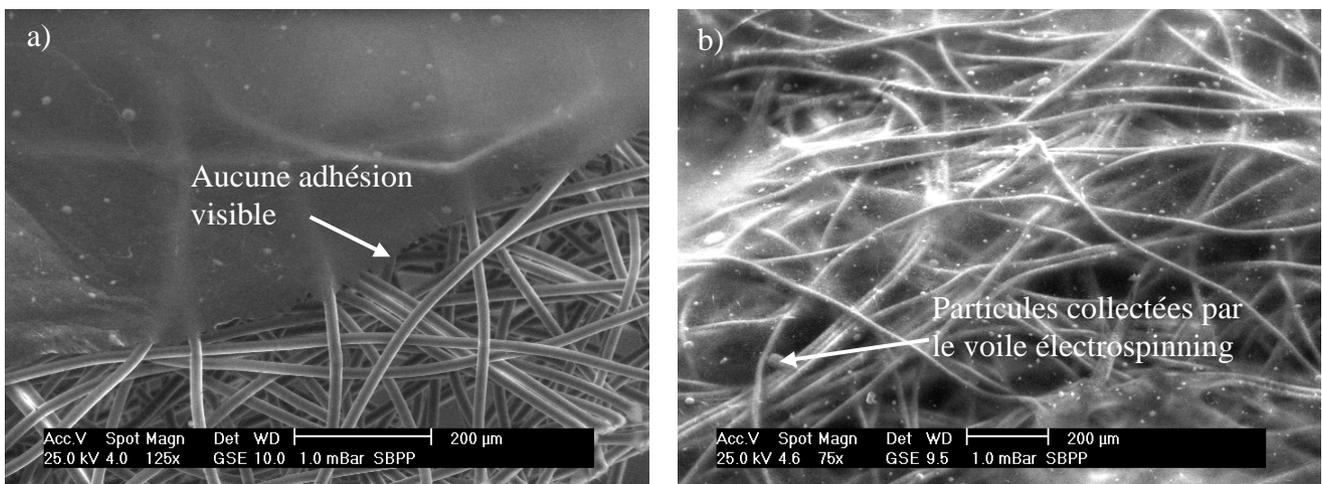


Figure IV.15 - Images MEB obtenues sur un support microfibrilles/nanofibrilles après test de filtration. a) Interface entre les deux couches. b) Vue d'ensemble du voile sur support.

### IV.3.2.2. Résultats de filtration

Quelques commentaires sont à faire avant d'en venir aux résultats. Par exemple, on a observé que l'intégrité de la structure a été endommagée par le flux d'air lors du test de perte de charge car le test à 160 l/min avec un flux d'air estimé à 0,34 m/s suffisait à percer le voile. Le support a donc été orienté en ce sens afin de protéger le voile d'électrospinning. Une autre difficulté, déjà cité ci-dessus a été la manipulation des échantillons, car ils se détachaient très

facilement du support et se déchiraient à cause de la mauvaise adhésion. Nous avons aussi observé une hétérogénéité de fabrication et de dépôt du voile sur les bords du format A4, nous avons donc dû effectuer les mesures au centre de l'échantillon.

Des charges électrostatiques sont présentes dans les échantillons à cause de leur fabrication. En effet, en manipulant les structures, on se rend compte qu'elles collent du côté electrospinning sur la peau. Nous avons donc décidé d'évaluer l'influence des charges électrostatiques sur les nanofibres et de les comparer avec des produits tout aussi chargé, notamment un meltblown électret, un nontissé avec des fibres PP/PE hollow pie-wedge chargé et un nontissé pie-wedge PET/PA6 sans charges. Les résultats sont présentés dans la Figure IV.16 avec l'écart relatif d'efficacité entre un échantillon chargé et non-chargé. La décharge des échantillons consiste à les tremper dans une solution d'isopropanol pendant 5 min et de laisser sécher à l'air libre pendant 24h [8].

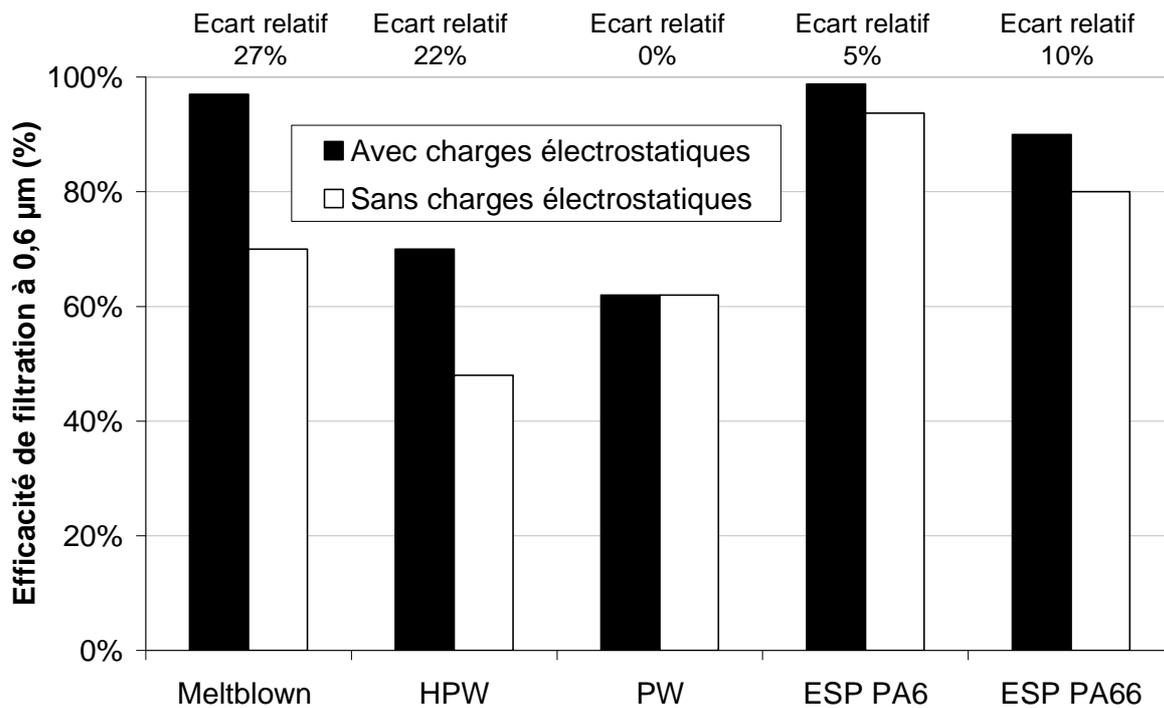


Figure IV.16 - Influence des charges électrostatiques sur des échantillons electrospinning (ESP) et comparaison avec d'autres produits.

Comme prévu, les charges électrostatiques sont présentes dans tous les échantillons excepté les pie-wedge. La charge augmente l'efficacité de filtration mais pas de la même façon pour tous les échantillons. On perd plus d'efficacité pour les meltblown et HPW que pour les deux échantillons electrospinning. Pour les nanofibres, le PA6 semble moins affecté par la perte de charges que le PA66. Cela signifie que l'efficacité de filtration basée sur des principes de

collection mécaniques est meilleure avec l'électrospinning qu'avec les autres échantillons testés.

La Figure IV.17 présente les résultats de filtration et de perte de charge des échantillons electrospinning en les comparant avec les échantillons pie-wedge et hollow pie-wedge développés. Il est clair que le compromis entre la perte de charge et l'efficacité de filtration pour le test à l'huile de paraffine est meilleur avec les nanofibres. On observe que les échantillons electrospinning avec le polyamide 6-6 sont moins efficaces que ceux avec le polyamide 6 mais au contraire sont plus perméables à l'air. En comparaison avec un échantillon PW ou HPW, on gagne 40% d'efficacité pour la même perte de charge. En effet, les échantillons PW et HPW ont un diamètre de fibres aux alentours de 5 µm mais avec des masses surfaciques et donc des compacités beaucoup plus élevées. Les résultats suivants sont sans charges électrostatiques.

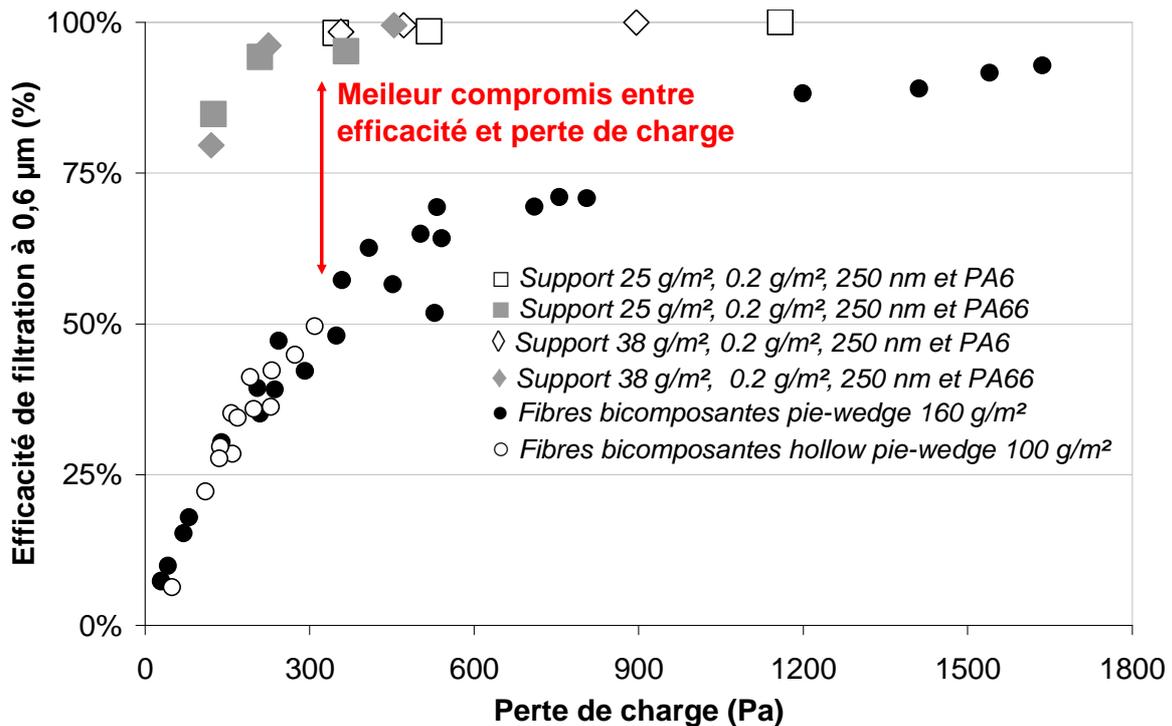


Figure IV.17 - Efficacité en fonction de la perte de charge pour les échantillons electrospinning et comparaison avec des échantillons microfibrilles bicomposantes segmentées.

L'influence des nanofibres sur les résultats de filtration peuvent être expliqués par la théorie de filtration et notamment le nombre de Knudsen ( $Kn$ ) défini par :

$$Kn = \frac{2 \times \lambda}{d_f} \quad (IV.1)$$

Avec  $\lambda$  le libre parcours moyen de l'air en  $\mu\text{m}$  et  $d_f$  le diamètre moyen des fibres en  $\mu\text{m}$ .

Le nombre de Knudsen indique que les effets moléculaires des gaz sont importants. Quand  $Kn$  est supérieur à 0,25, cela correspond à un diamètre de fibres inférieur à 500 nm, le régime de glissement du fluide est à considérer. La Figure IV.18 schématise l'influence de la taille des fibres sur le glissement du fluide. Grâce à cet effet, dans le cas des nanofibres, le coefficient de traînée de l'air devient plus faible que pour le cas des microfibrilles. Cela veut dire que l'air s'écoule plus facilement autour de nanofibres que de microfibrilles [95, 9]. Il en résulte une valeur de perte de charge inférieure à celle dans le cas où l'on considère un régime sans glissement du fluide. Dans notre cas, avec des fibres de diamètre moyen de 230 nm, la valeur de  $Kn$  est proche de 0,6 et indique un régime de glissement du fluide. L'utilisation de nanofibres dans la filtration de l'air est donc une bonne solution pour développer des filtres avec peu de pertes énergétiques et une efficacité de filtration élevée.

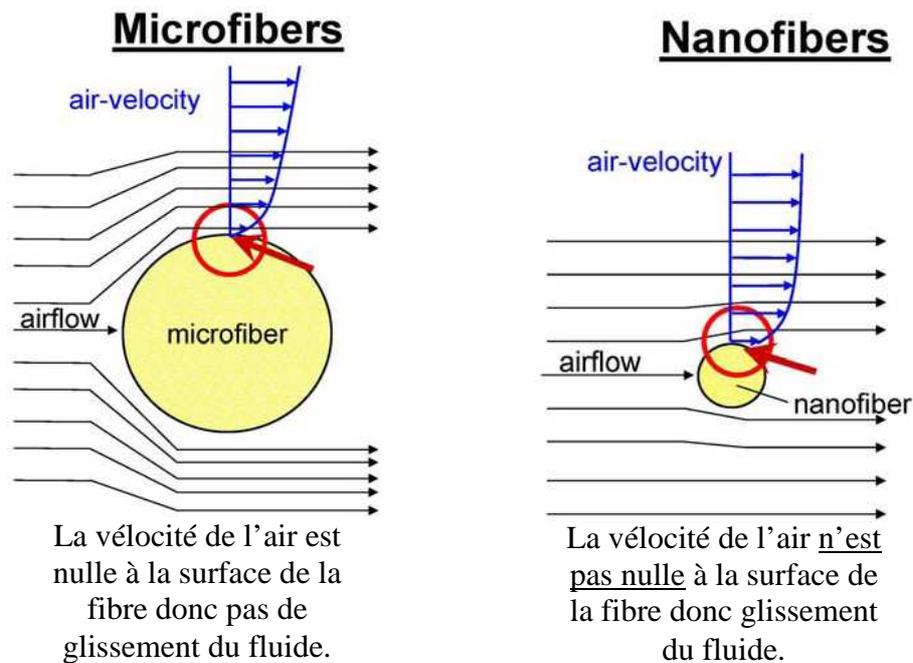


Figure IV.18 - Schématisation de l'influence de la taille des fibres sur le glissement des fluides. [95]

Pour évaluer l'impact du nombre de Knudsen et du glissement du fluide, nous allons comparer les performances de filtration à l'aide du facteur de qualité  $Q$ , entre des échantillons avec des fibres de 250 nm de diamètre et 0,2  $\text{g}/\text{m}^2$  de masse surfacique et des fibres de 100 nm de diamètre et 0,07  $\text{g}/\text{m}^2$  de masse surfacique. La masse surfacique est choisie de telle façon que les échantillons aient la même longueur surfacique de fibres : 7000  $\text{km}/\text{m}^2$ . Les résultats sont présentés dans la Figure IV.19.

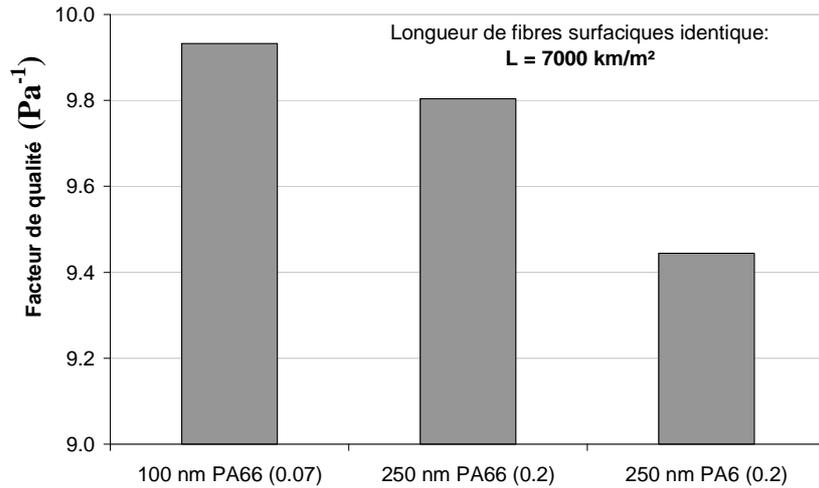


Figure IV.19 - Influence de la taille des nanofibres sur le facteur de qualité.

Le facteur de qualité pour l'échantillon avec les fibres de 100 nm est légèrement meilleur que celui avec les fibres de 250 nm en PA66. Le facteur de qualité de l'échantillon PA6 est quant à lui beaucoup plus faible que les autres. La différence entre 100 nm et 250 nm dans le cas du PA66 est trop faible pour conclure, il serait intéressant de développer des échantillons avec des fibres de 600 ou 700 nm (frontière entre régime glissement et non glissement du fluide) et d'évaluer les propriétés de filtration.

Pour évaluer l'impact de la masse surfacique, du type de support et du polymère utilisé, nous allons utiliser le facteur de qualité. Les résultats sont présentés dans la Figure IV.20.

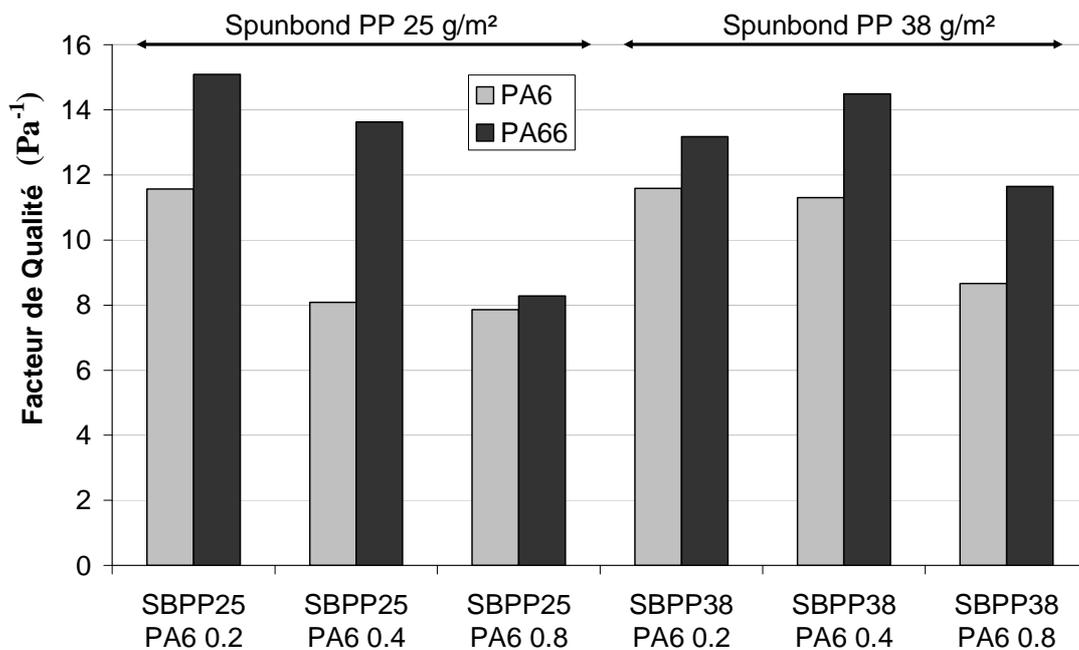


Figure IV.20 - Comparaison des facteurs de qualité des échantillons électrospinning en fonction de la masse surfacique, du type de support et du polymère utilisé.

Tout d’abord, le résultat qui apparaît nettement est que dans n’importe quel cas, le compromis efficacité/perméabilité à l’air est meilleur avec le polyamide 6-6. Le peu de différence entre les deux polymères ne peut expliquer une telle différence de résultats, ce doit donc être au niveau de la structure et de la fabrication des échantillons que l’on doit s’interroger.

Au niveau de la masse surfacique, les échantillons à 0,8 g/m<sup>2</sup> même s’ils apportent beaucoup d’efficacité ne sont pas assez perméables à l’air, ce qui explique leurs plus faibles résultats. On sait donc que l’on peut envisager d’utiliser des masses surfaciques inférieures à 0,8 g/m<sup>2</sup> pour cette taille de fibres.

Les résultats ne permettent pas de mettre en évidence des comportements plus favorables selon la masse surfacique des supports spunbond PP de 25 ou 38 g/m<sup>2</sup>.

Afin de vérifier l’homogénéité des structures electrospinning nous allons comparer les écarts relatifs obtenus lors des essais de filtration. Ces écarts sont donnés pour 10 mesures d’échantillons. On compare l’electrospinning PA6 et PA66 avec des structures meltblown, HPW et PW dont les résultats sont montrés dans la Figure IV.21.

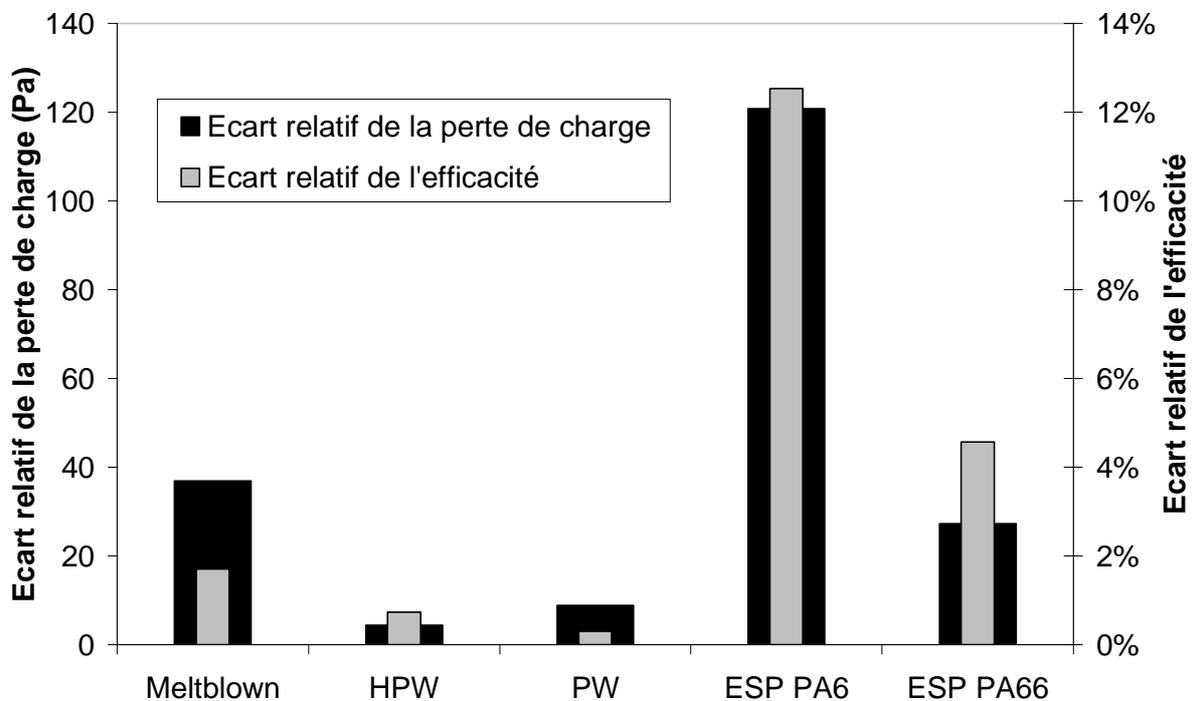


Figure IV.21 - Ecart relatif des propriétés de filtration entre nanofibres et microfibrés

Ces résultats confirment le fait que les structures obtenues en PA66 sont plus homogènes que les structures obtenues en PA6 d'où les meilleurs facteurs de qualité de la Figure IV.20.

On remarque surtout que pour les structures electrospinning par rapport au reste de structures les résultats obtenus en filtration sont plus hétérogènes et notamment par rapport aux structures HPW et PW qui sont très homogènes. On retient que le meltblown qui est un procédé couramment utilisé produit des structures moins homogènes que dans le procédé cardé/hydrolié utilisé sur les produits HPW et PW.

Cela montre que le contrôle du process est encore difficile dans le cadre du développement de structures nanofibres.

Cette étude montre que l'electrospinning est une technologie qui offre des propriétés de filtration excellentes avec un compromis efficacité/perméabilité à l'air très intéressant. Notamment grâce à la production de nanofibres qui permettent d'avoir une surface d'échange avec l'air importante pour des faibles compacités et profitant de l'effet du glissement du fluide. Le polyamide 6-6 est plus intéressant car il produit des structures plus homogènes que le polyamide 6 et les masses surfaciques de 0,2 et 0,4 g/m<sup>2</sup> donnent des résultats plus intéressants qu'à 0,8 g/m<sup>2</sup>. L'étude n'a pas permis d'évaluer l'impact du support spunbond, sûrement par manque de différence entre les deux supports. Cependant, la technologie electrospinning souffre de quelques revers, notamment les faibles caractéristiques mécaniques du voile qui s'endommage lors des tests de filtration ou lors de la manipulation des échantillons. De plus, l'homogénéité des voiles est grandement mise en cause notamment en comparaison avec des échantillons issus du process cardage/hydroliage.

## IV.4. Conclusion

Les associations de structures nous montrent qu'il est possible de combiner les propriétés de chaque structure monocouches afin d'obtenir au final un composite nontissé filtrant avec plusieurs fonctionnalités.

Le développement de filtres à gradient de porosité et de diamètre de fibres a montré une amélioration du compromis perméabilité à l'air/efficacité de filtration initiale en plus de l'avantage de ces structures vues dans la littérature au niveau du colmatage.

Le développement de structures multifonctionnelles a une nouvelle fois démontré que l'utilisation du procédé cardage dans la réalisation de structures filtrantes offrait une grande versatilité et que l'utilisation de l'hydroliage dans l'assemblage des structures permet de nombreuses réalisations de structures. L'objectif de développer une structure hydrophile d'un côté et hydrophobe de l'autre s'est confirmé. De plus, l'utilisation de fibre low-melt a montré une structuration du nontissé filtrant améliorant au passage le compromis perméabilité/efficacité.

Enfin, les structures nanofibres développées par electrospinning ont mis en avant des avantages au niveau des propriétés de filtration grandement améliorées par rapport à des structures microfibrilles. La présence de charges électrostatiques a été observée mais avec un effet moindre que pour des structures de type électret. Le nombre de Knudsen offre une première explication des effets induits sur les propriétés de filtration avec cependant des essais complémentaires à effectuer pour confirmer ces suppositions. L'utilisation du polyamide 6-6 avec des masses surfaciques inférieures à 0,8 g/m<sup>2</sup> donne les structures les plus intéressantes.

Cependant nous avons aussi montré que l'utilisation de ce procédé offrait des propriétés mécaniques insuffisantes pour être utilisé seul. L'adhésion avec le support se réalise très mal, on ne peut pas assembler intimement les structures microfibrilles et nanofibres. De plus, l'intégrité de la structure nanofibre est mise à défaut pour des vitesses de filtration élevées.

La prochaine étape dans la réalisation de ces structures sera de combiner des structures microfibres plus complexes que celles utilisées avec des voiles de nanofibres et pourquoi pas, améliorer l'adhésion entre les supports.

## Références Bibliographiques

- 
- [1] A. Blum, N. Moser, P. Trautmann, *High performance nonwoven materials for engine air intake filtration* – (2004), Proceedings of Filtrex04.
- [2] F. Montefusco, J. George, R. Forna, T. Cravero, J. Kaukopaasi, *New technologies in air filtration media* – (2004), Proceedings of Filtrex04.
- [3] R.P. Kitson, R.L. Gilbert, J. Israel, *Composite nonwoven fabric comprising adjacent microfibrils in layers* – (1978), United States Patent 4,196,245.
- [4] R.D. Pike, H.L. Griesbach, *Finer fiber composite web laminates* – (1997), United States Patent 6,352,948.
- [5] Les textiles d'origine végétale. <http://www.snv.jussieu.fr/bmedia/textiles/17-viscose.html>  
Accédé le 03 aout 2009.
- [6] Hills Inc. <http://www.hillsinc.net/Fibers.shtml> Accédé le 5 aout 2009.
- [7] P. Gibson, H. Schreuder-Gibson, *Patterned electrospay fiber structure* – (2004), INJ Summer.
- [8] S.H. Huang, C.W. Chen, C.P. Chang, C.Y. Lai, C.C. Chen, *Penetration of 4.5 nm to 10  $\mu$ m aerosol particles through fibrous filters* – (2007), Aerosol Science, vol. 38, p. 719.
- [9] T. Frising, *Etude de la filtration des aerosols liquides et de mélanges d'aérosols liquides et solides* – (2004), PhD Thesis, Nancy, France.

## **Chapitre V – Modélisation des propriétés de filtration**



# Chapitre V. Modélisation des propriétés de filtration

## Introduction

Le développement de nombreux échantillons nous a poussé à étudier les modèles de filtration. En effet, les modèles d'efficacité de filtration et de perte de charge initiales nous permettent de prédire et d'orienter le choix de nos structures en limitant le nombre d'essais. L'exploration des modèles nous permet aussi de mieux comprendre les relations entre les propriétés de filtration et les caractéristiques structurelles.

Dans un premier temps nous allons présenter l'existant dans les modèles d'efficacité initiale et confronter ces derniers à nos résultats expérimentaux pour enfin montrer les limitations de ces modèles lors de l'utilisation de fibres ou le développement de structures spéciales. Dans un second temps nous discuterons des modèles de perte de charge initiale et nous développerons notre modèle à partir des échantillons pour finir sur les limitations de ce modèle. Enfin, nous présenterons une interface graphique développée sous Matlab utilisable pour la détermination de propriétés de filtration initiales sur des structures filtrantes.

## V.1. Modélisation de l'efficacité de filtration initiale

On trouve dans la littérature plusieurs modèles d'efficacité de filtration basés sur les mécanismes de capture vus dans le chapitre I : la diffusion, l'interception et l'impaction. L'efficacité totale est en relation avec l'efficacité de collection d'une fibre, et généralement, les auteurs s'accordent à dire de l'efficacité unitaire de collection d'une fibre comme étant la somme des efficacités correspondantes aux différents mécanismes de collection, en supposant que chaque mécanisme est indépendant des autres [1].

### V.1.1. Ecoulement autour d'une fibre ou d'un ensemble de fibres

Avant de calculer l'efficacité de collection d'une fibre, il est nécessaire de définir le champ d'écoulement du fluide autour de la fibre. En effet, les nontissés sont des structures hétérogènes, complexes à modéliser avec des arrangements fibreux différents quelle que soit la zone observée. Les modèles ont donc simplifié ces structures en considérant un diamètre moyen de fibres, avec un arrangement perpendiculaire ou parallèle voire aléatoire à la

direction du fluide. En utilisant des modèles à cellules (un cylindre entouré de son enveloppe concentrique de fluide - Figure V.1), la résolution des équations de Navier-Stokes permet d'obtenir une fonction de courant relative aux composantes de la vitesse [2].

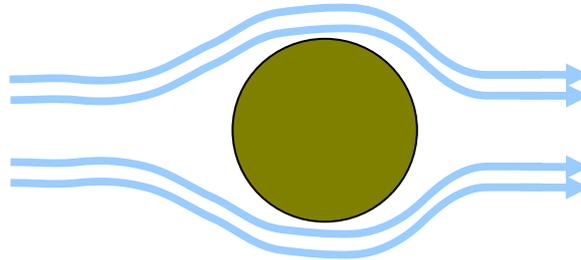


Figure V.1 - Ecoulement du fluide autour d'une fibre

Elle fait intervenir un facteur hydrodynamique H qui varie selon les modèles utilisés et selon le régime hydrodynamique qui est défini par le nombre de Knudsen de fibres vu dans le chapitre IV :

$$Kn_f = \frac{2\lambda}{d_f} \quad (V.1)$$

Si  $Kn \ll 1$  alors le régime d'écoulement est continu et pour  $Kn \gg 1$ , le régime est moléculaire. Pitch [3] a proposé de distinguer quatre types de régimes recensés dans Tableau V.1.

Tableau V.1 - Limites de validité du nombre de Knudsen pour les différents régimes d'écoulement

Régime	Limite de validité
Continu (Cas des microfibres)	$Kn_f \ll 0,01$
Glissement du fluide (Cas des nanofibres)	$0,01 < Kn_f < 0,5$
Transition	$0,5 < Kn_f < 10$
Moléculaire libre	$10 < Kn_f$

Les deux expressions de H que nous utiliserons dans les modèles de filtration sont résumées dans le Tableau V.2.

Tableau V.2 - Expressions du facteur hydrodynamique H issues de la littérature

Auteurs	Expression de H	Remarque	Régime
Kuwabara [4]	$H_{ku} = \alpha - 0,5\ln(\alpha) - 0,25\alpha - 0,75$	Arrangement en cylindres parallèles aléatoires	Continu
Kirsch, Stechkina	$H_{fan} = -0,5\ln(\alpha) - 0,52 + 0,64\alpha + 1,43(1 - \alpha)Kn_f$	Grilles superposées	Continu, Glissement

### V.1.2. Comparaison entre résultats expérimentaux et modèles existants

#### V.1.2.1. Modèles d'efficacité unitaire de collection par diffusion

Plusieurs modèles ont été sélectionnés pour définir l'efficacité de capture unitaire de collection par diffusion notée  $\eta_d$ . Le *Tableau V.3* regroupe ces modèles ainsi que leurs domaines d'étude qui peuvent varier selon les caractéristiques matériaux, particules ou fluide.

*Tableau V.3 - Expressions de l'efficacité unitaire de collection par diffusion*

<u>Auteurs</u>	<u>Expression</u>	<u>Remarques</u>	<u>Domaine d'étude</u>
Stechkina [6]	$2,7Pe^{-2/3}$	Modèle empirique	$0,01 < \alpha < 0,15$
Kirsch [7]	$2,7Pe^{-2/3} \left( 1 + 0,39H_{fan}^{-1/3} Pe^{1/3} Kn_f \right) + \frac{0,624}{Pe}$	Modèle empirique	
Lee, Liu [8]	$2,6 \left( \frac{1-\alpha}{H_{ku}} \right) \times Pe^{-2/3}$	Modèle théorique Flux de Kuwabara	
Liu, Rubow [9]	$1,6 \left( \frac{1-\alpha}{H_{ku}} \right) \times Pe^{-2/3} \times Cd$  Avec $Cd = 1 + 0,388Kn_f \left( \frac{(1-\alpha)Pe}{H_{ku}} \right)^{1/3}$	Cd est un facteur dû au glissement du fluide	
Payet [10]	$1,6 \left( \frac{1-\alpha}{H_{ku}} \right) \times Pe^{-2/3} \times Cd \times Cd'$  Avec $Cd' = \frac{1}{1 + 1,6 \left( \frac{1-\alpha}{H_{ku}} \right) \times Pe^{-2/3} \times Cd}$	Cd et Cd' facteurs de correction	Aérosol Liquide $0,02 < d_p < 0,5 \mu m$ $d_f = 1 \mu m$ $\alpha = 0,08$
Davies [11]	$1,5Pe^{-2/3}$	Modèle empirique	

#### V.1.2.2. Modèles d'efficacité unitaire de collection par interception

Le *Tableau V.4* regroupe les expressions d'efficacité unitaire de collection par interception notée  $\eta_r$ .

*Tableau V.4 - Expressions de l'efficacité unitaire de collection par interception*

<u>Auteurs</u>	<u>Expression</u>	<u>Remarque</u>	<u>Domaine d'étude</u>
Yeh et al. [12]	$\frac{2(1+R)\ln(1+R) - (1+R) + \frac{1}{1+R}}{2 \times H_{ku}}$	Modèle théorique flux de Kuwabara	
Kirsch [7]	$\frac{2(1+R)\ln(1+R) - (1+R)}{2 \times H_{ku}} + \frac{1 + 2,86(2+R)R \times Kn_f}{2 \times H_{ku} \frac{1+R}{1+R}}$	Modèle théorique	$1 < U_f < 30 \text{ cm/s}$
Lee, Liu [8]	$0,6 \left( \frac{1-\alpha}{H_{ku}} \right) \left( \frac{R^2}{1+R} \right)$	Flux de Kuwabara adapté à des données expérimentales	$0,05 < d_p < 1,3 \mu\text{m}$ $0,0045 < R < 0,12$ $0,0086 < \alpha < 0,151$
Miecret [13]	$2,4\alpha^{1/3} R^{1,75}$	Flux de Kuwabara	
Liu, Rubow [9]	$0,6 \frac{1-\alpha}{H_{ku}} \frac{R^2}{1+R} Cr$ Avec $Cr = 1 + 1,996 \frac{Kn_f}{R}$		$0,5 < U_f < 100 \text{ cm/s}$ $0,05 < d_p < 1 \mu\text{m}$

### V.1.2.3. Modèles d'efficacité unitaire de collection par impaction

Le Tableau V.5 regroupe les expressions d'efficacité unitaire de collection par impaction notée  $\eta_i$ .

*Tableau V.5 - Expressions de l'efficacité unitaire de collection par impaction*

<u>Auteurs</u>	<u>Expression</u>	<u>Remarque</u>	<u>Domaine d'étude</u>
Stechkina [5]	$\frac{I St}{4H_{ku}^2}$ Avec $I = (29,6 - 28\alpha^{0,62})R^2 - 27,5R^{2,8}$	Approche théorique	$0,01 < R < 0,4$ $0,0035 < \alpha < 0,11$
Gougeon [14]	$0,0334 St^{3/2}$	Corrélation empirique	$0,5 < St < 4,1$ $0,03 < Re_f < 0,25$
Suneja, Lee [15]	$\left( 1 + \frac{1,53 - 0,23 \ln(Re_f) + 0,0167 (\ln(Re_f))^2}{St} \right)^{-2}$		$Re_f < 500$

#### V.1.2.4. Expression de l'efficacité globale d'une fibre

Le Tableau V.6 résume les différents modèles utilisés dans cette étude ainsi que les équations des auteurs utilisées dans l'expression de l'efficacité globale. La majorité des auteurs considèrent que l'expression de l'efficacité globale d'une fibre ( $\eta$ ) est la somme des efficacités unitaires de collection par mécanismes.

*Tableau V.6 - Expression de l'efficacité totale et de ses composantes*

<u>Auteurs</u>	<u>Expression</u>	<u><math>\eta_d</math> (Diffusion)</u>	<u><math>\eta_r</math> (Interception)</u>	<u><math>\eta_i</math> (Impaction)</u>
Miecret et al.	$\eta_d + \eta_r + \eta_i$	Davies	Miecret	Suneja
Lee, Liu	$\eta_d + \eta_r$	Lee, Liu	Lee, Liu	
Liu, Rubow	$\eta_d + \eta_r$	Liu, Rubow	Liu, Rubow	
Payet	$\eta_d + \eta_r$	Payet	Liu, Rubow	
Gougeon	$\eta_d + \eta_r + \eta_i$	Lee, Liu	Lee, Liu	Gougeon
Stechkina et al.	$\eta_d + \eta_r + \eta_i$	Stechkina	Yeh et al.	Stechkina
Kirsch et al.	$\eta_d + \eta_r + \eta_i$	Kirsch	Kirsch	Stechkina
Modèle LRG	$\eta_d + \eta_r + \eta_i$	Liu, Rubow	Liu, Rubow	Gougeon

A partir de l'efficacité globale  $\eta$ , des caractéristiques structurelles du matériau et des caractéristiques du fluide on peut en déduire l'efficacité initiale du filtre à l'aide de l'expression suivante, démontrée dans le chapitre 1 :

$$E = 1 - \exp\left(-4\eta \frac{\alpha}{1-\alpha} \frac{Z}{\pi d_f}\right) \quad (V.2)$$

Les paramètres d'entrée des modèles sont pour la structure :

- le diamètre moyen des fibres en  $\mu\text{m}$
- la masse volumique des fibres en  $\text{kg/m}^3$
- l'épaisseur du média filtrant en mm
- la compacité

Pour les caractéristiques du fluide et de filtration on a :

- La vitesse du fluide en m/s
- La taille des particules en  $\mu\text{m}$
- La masse volumique des particules utilisée en  $\text{kg/m}^3$

### V.1.2.5. Confrontation des modèles aux résultats expérimentaux

L'objectif de cette étude est de sélectionner un modèle parmi ceux présentés qui sera le plus fiable et nous permettra de prédire nos résultats et d'orienter le développement de nos structures.

Afin de comparer qualitativement chaque modèle, il est préférable d'utiliser des échantillons simples correspondant aux domaines d'études des modèles avec des fibres cylindriques et de même diamètre. Notre choix s'oriente donc vers notre première série d'échantillons, utilisée dans le cadre de l'étude de l'influence du diamètre des fibres et de la compacité (Série d'échantillons de A2 à E3 – Chapitre 3).

A l'aide de la programmation des modèles sous Matlab, nous allons comparer les résultats d'efficacité obtenus expérimentalement et théoriquement, en utilisant le coefficient de corrélation linéaire. Nous utiliserons les résultats d'efficacité sur l'aérosol solide de fluorescéine de diamètre de 0,18  $\mu\text{m}$  avec une vitesse de l'air à 0,04 m/s et d'huile de paraffine de diamètre de 0,6  $\mu\text{m}$  avec une vitesse de l'air à 0,2 m/s. Les résultats de corrélation sont disponibles dans le Tableau V.7.

*Tableau V.7 - Résultats des coefficients de corrélation linéaires obtenus entre les données expérimentales d'efficacité et les données théoriques issues des modèles*

Miecret	Gougeon	Kirsch	Lee	Liu	Payet	Stechkina	LRG
0,8219	0,9593	0,7781	0,9602	0,9734	0,9731	0,8922	0,9734

Les corrélations les plus proches de 1 sont les modèles Liu et LRG (Liu, Rubow, Gougeon). Ces deux modèles proposent donc des valeurs d'efficacité initiales les plus proches de la réalité. Leurs résultats sont identiques car ils sont composés des mêmes équations pour les mécanismes de diffusion et d'interception. Seul le modèle LRG utilise l'approximation de Gougeon dans le mécanisme d'impaction.

C'est ce dernier que nous allons sélectionner car ses limites d'utilisation nous permettent d'utiliser une palette plus large de caractéristiques structurelles notamment grâce à la prise en compte du mécanisme d'impaction.

La représentation graphique de la corrélation linéaire obtenue pour les deux types d'aérosols par rapport aux résultats expérimentaux est disponible dans la Figure V.2.

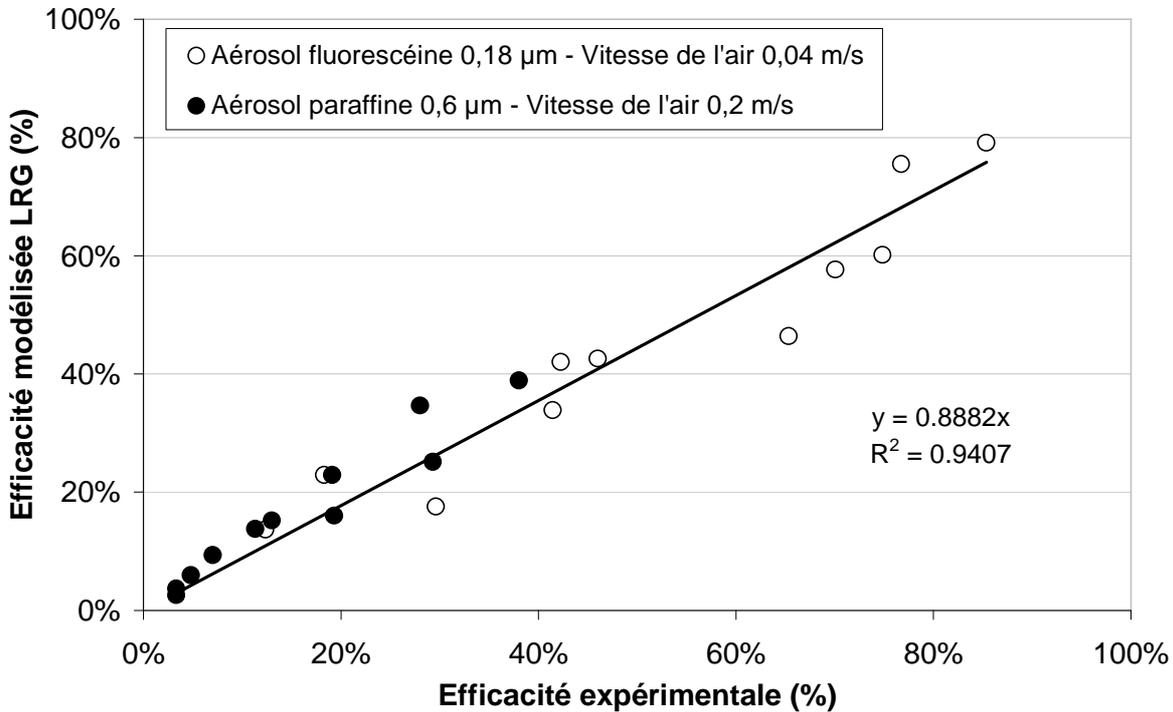


Figure V.2 - Corrélation linéaire entre l'efficacité du modèle LRG et l'efficacité expérimentale obtenue sur deux types d'aérosols différents

La tendance affichée est plutôt bonne avec cependant quelques points qui sortent de la droite. On retiendra aussi le coefficient directeur de 0,89 qui indique une sous-estimation des résultats expérimentaux par le modèle. On note aussi très peu de différence en termes de tendance, dans l'utilisation d'un aérosol liquide ou solide et de deux vitesses de l'air.

L'utilisation du modèle avec la première série d'échantillon nous a permis de tracer un profil de l'efficacité en fonction du diamètre des particules et ainsi observer la zone MPPS (Most Penetrating Particle Size) en utilisant une vitesse de l'air fixée à 0,04 m/s.

Les résultats de cette simulation sont présentés dans la Figure V.3 qui nous montre sur une plage granulométrique de particules allant de 0,01 à 10 µm le profil d'efficacité théorique pour chaque échantillon développé. On remarque que la zone MPPS se réduit entre les échantillons A2 et E3, notamment grâce à la diminution de la taille des fibres et l'augmentation de la compacité. Cette figure nous confirme aussi que cette zone MPPS est très marquée pour des particules de tailles comprises entre 0,1 et 3 µm et qu'au-delà on a de nouveau une efficacité proche de 100%. Enfin ce profil de courbe nous montre qu'à la vitesse de l'air de 0,04 m/s ce sont les aérosols de taille comprise entre 0,6 et 0,8 µm qui sont les plus pénétrants.

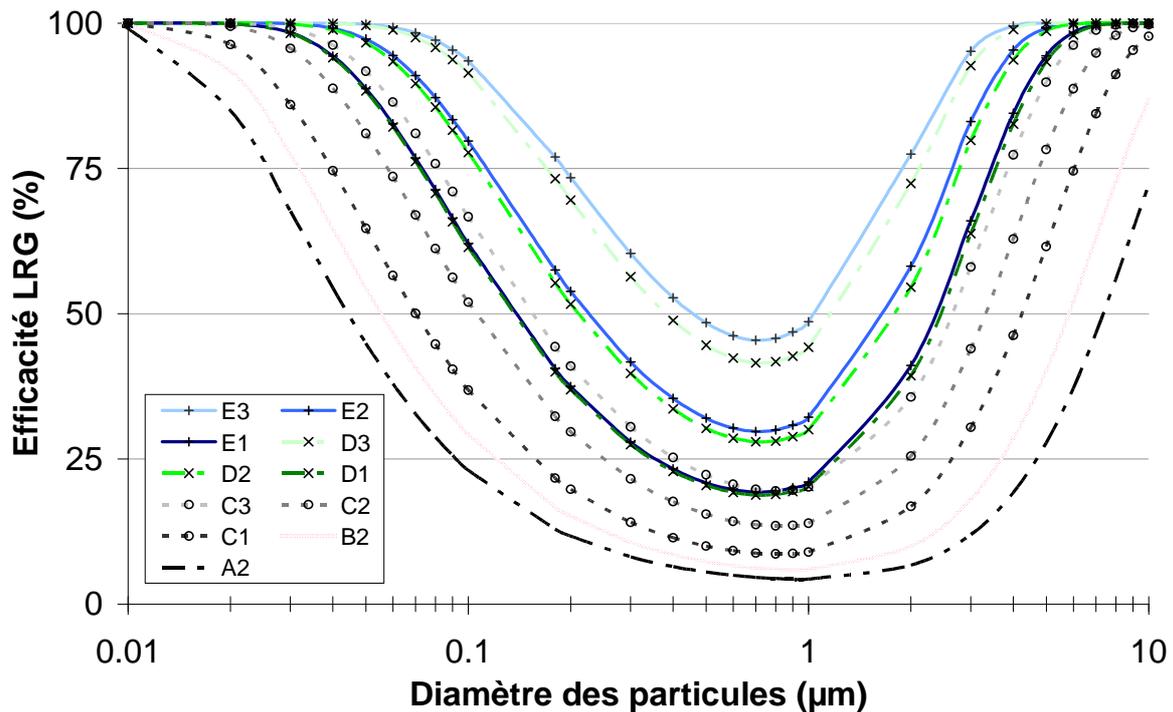


Figure V.3 - Simulation de l'efficacité avec le modèle LRG en fonction de la distribution granulométrique des particules pour une vitesse de l'air à 0,04 m/s.

### V.1.3. Limites du modèle d'efficacité LRG

Toutefois, même si le modèle apporte de bons résultats sur cette série d'échantillons, elle n'en reste pas moins une série standard, avec des fibres cylindriques de même diamètre moyen. Que ce passe-t-il pour le modèle si l'on rajoute deux tailles de fibres différentes dans la structure ou encore des fibres à forme de section différentes ? Nous allons tenter de montrer les limites du modèle par deux exemples cités ci-dessous.

#### V.1.3.1. Mélanges de diamètres de fibres

Dans le chapitre 3 nous avons parlé du développement d'une série d'échantillons avec des mélanges de diamètre de fibres (0,9/6,7 dTex et 0,9/17 dTex) qui avaient un diamètre moyen équivalent à 1,5 ou 3,3 dTex selon l'échantillon de référence visé. Nous allons utiliser cette série d'échantillon pour confronter le modèle LRG et tester un autre modèle qui prend en compte une distribution bimodale de fibres. C'est le modèle de Sakano [16], qui considère la fraction massique des deux populations de fibres indépendantes en terme d'efficacité de filtration, dans le calcul théorique de l'efficacité en modifiant l'expression (V.2) :

$$E = 1 - \exp \left[ - \frac{4 \times \alpha \times Z}{\pi(1 - \alpha)} \left( \frac{m_1 \eta_1}{d_{f1}} + \frac{m_2 \eta_2}{d_{f2}} \right) \right] \quad (V.3)$$

Avec  $m_1$  et  $m_2$  les fractions massiques de fibres de taille 1 et 2,  $\eta_1$  et  $\eta_2$  les efficacités unitaires de collection des fibres de taille 1 et 2 et  $d_{f1}$  et  $d_{f2}$  les diamètres des fibres de taille 1 et 2.

Cette équation découle directement des expériences que Sakano a menées et reste proche de la linéarité que nous avons observée avec la longueur surfacique des fibres fines.

Dans la modélisation nous utiliserons le modèle LRG comme base, à savoir en utilisant un diamètre moyen et en utilisant l'équation proposée par Sakano.

Les résultats sont présentés sous la forme de deux graphiques avec une corrélation linéaire dans la Figure V.4. Les conditions opératoires retenues sont celles avec l'aérosol de fluorescéine de 0,18  $\mu\text{m}$  de diamètre et une vitesse de l'air fixée à 0,04 m/s. Les références sont les échantillons 100% 1,5 et 3,3 dTex.

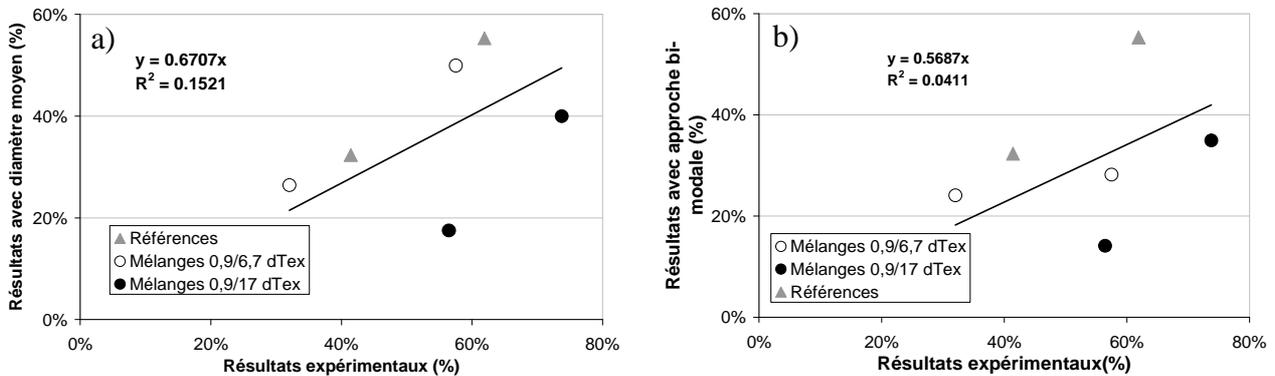


Figure V.4 - Résultats de modélisation avec le modèle LRG sur les deux approches différentes. a) L'approche unimodale (Diamètre moyen). b) Approche bimodale de Sakano (Deux diamètres de fibres)

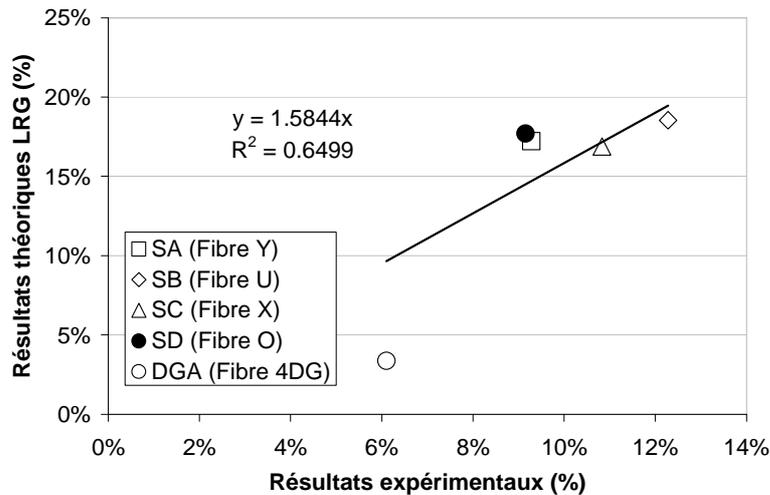
On se rend compte dans les deux cas que l'on n'a pas un bon accord entre les résultats expérimentaux et les deux approches théoriques avec le modèle LRG. La linéarité que nous avons observée lors des résultats expérimentaux concernant la quantité de fibres fines nécessaires à l'efficacité de filtration et décrite aussi dans les travaux de Sakano n'est pas confirmée ici. On peut considérer que des caractéristiques structurelles comme l'arrangement entre les fibres fines et les fibres grosses, la tortuosité, la distribution de taille des fibres...qui ne sont pas prises en compte actuellement sont significatives pour des structures fibreuses plus complexes. Ce résultat nous démontre aussi que l'on ne peut considérer deux populations de fibres comme indépendantes en terme de contribution à l'efficacité de filtration, ce qui est émis en hypothèse dans les modèles testés. Il existe cependant des travaux récents concernant la modélisation de l'efficacité mais aussi de la perte de charge utilisent la distribution de finesses de fibres et montrent des résultats encourageants [17, 18, 19]

### V.1.3.2. Fibres à forme de section particulières

Dans le chapitre 3 nous avons étudié l'influence du facteur de forme des fibres sur les propriétés de filtration. Nous avons déduit que les fibres avec un facteur de forme élevé s'écartaient des tendances efficacité/perméabilité à l'air car avec un diamètre équivalent plus élevé qu'une fibre cylindrique elles possédaient néanmoins une efficacité de filtration presque équivalente. Dans le Tableau V.8, nous rappelons les caractéristiques structurelles des échantillons développés dans le cadre des géométries de fibres particulières.

*Tableau V.8 - Récapitulatif des caractéristiques structurelles des échantillons à forme de section particulières*

Référence	Diamètre moyen équivalent (µm)	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Epaisseur (mm)	Compacité	Facteur de forme
SA (Fibre Y)	12,81	201	0,80	18,34%	1,17
SB (Fibre U)	12,81	217	0,86	18,20%	1,48
SC (Fibre X)	12,81	216	0,93	16,87%	1,10
SD (Fibre O)	12,81	216	0,89	17,50%	1,00
DGA (4DG)	27	242	0,95	18,54%	2,77



*Figure V.5 - Corrélation linéaire entre les résultats expérimentaux des échantillons à géométrie particulière et le modèle LRG*

Les résultats de la modélisation avec le modèle LRG et les résultats expérimentaux obtenus sur ces échantillons sont présentés dans la Figure V.5. Les conditions opératoires sont celles du test à l'huile de paraffine avec l'aérosol de 0,6 µm et la vitesse de l'air à 0,2 m/s.

La corrélation linéaire montre un désaccord entre le modèle et les résultats expérimentaux. Le facteur de forme élevé de la 4DG semble expliquer l'écart entre la théorie et la pratique.

Cependant les échantillons SA, SB, SC et SD semblent avoir été mieux modélisés mais la pente de la droite indique une surestimation de 50% des résultats expérimentaux par le modèle. De plus, tous ces échantillons ont le même diamètre de fibre, seule la section des fibres change (on a quelques variabilités légères de masse surfacique et d'épaisseur d'un échantillon à l'autre), pourtant les résultats expérimentaux montrent des différences entre les efficacités. Cela confirme donc l'importance du facteur de forme que nous avons déjà évoqué lors du chapitre 3. Nous étions arrivés à la conclusion qu'une relation existait entre l'efficacité et la surface spécifique de même qu'entre l'efficacité et le facteur de forme. Si l'on émet l'hypothèse que le facteur de forme et l'efficacité varient s alors on peut reprendre l'équation de Sakano et y exprimer le facteur de forme comme :

$$E = 1 - \exp \left[ - \frac{4 \times \alpha \times Z}{\pi(1 - \alpha)} \left( \frac{m_1 \eta_1 \varphi_1}{d_{f1}} + \frac{m_2 \eta_2 \varphi_2}{d_{f2}} \right) \right] \quad (V.4)$$

Avec  $\varphi_1$  et  $\varphi_2$  les facteurs de forme des fibres de diamètre 1 et 2.

En reprenant le modèle LRG avec cette équation on obtient les résultats suivants, tracés sur la Figure V.6 en utilisant une corrélation linéaire entre résultats théoriques et expérimentaux.

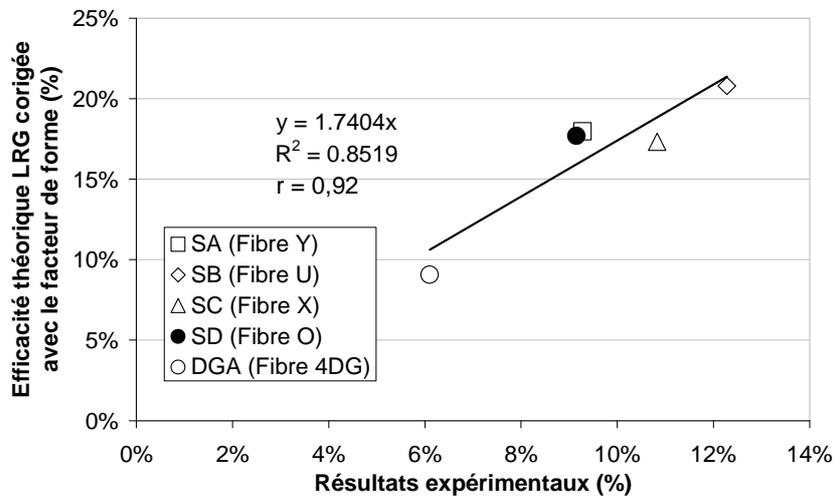


Figure V.6 - Corrélation linéaire entre la correction de l'efficacité par l'inclusion du facteur de forme dans le modèle LRG et les résultats expérimentaux

Le coefficient  $R^2$  est plus élevé que dans la courbe de la Figure V.5, cela nous montre que l'on est en meilleur accord entre les résultats expérimentaux et la théorie avec au final un coefficient de corrélation linéaire d'environ 0,92. Ce n'est pas encore l'idéal, le modèle surestime largement les résultats expérimentaux, mais l'approximation est meilleure en tenant compte du facteur de forme. La difficulté étant dans ce cas de définir correctement le facteur de forme en utilisant la microscopie assistée par informatique.

La conclusion de cette première partie est la comparaison de plusieurs modèles d'efficacité de filtration initiale sur une série d'échantillon modèle qui nous a permis d'identifier le modèle LRG comme le plus pertinent. Confronté à des échantillons plus complexes, il montre des limites notamment dans la non-prise en compte de certaines caractéristiques structurelles du nontissé. Cependant, des récents travaux de recherche ont montré le développement de nouveaux modèles prenant en compte la distribution de finesse des fibres et nous avons inclus dans ce modèle le facteur de forme qui nous permet d'être plus proche des résultats expérimentaux.

## V.2. Modélisation de la perte de charge initiale

On trouve dans la littérature plusieurs modèles de perte de charge initiale basés sur l'équation d'écoulement du fluide en milieu poreux venant de la loi de Darcy (équation I.5) vue dans le chapitre 1. Nous allons dans un premier temps confronter les modèles de perte de charge existants à nos échantillons puis nous tenterons de développer notre propre modèle analytique issu de ces mêmes échantillons pour enfin le confronter à ses limites.

### V.2.1. Comparaison entre les résultats expérimentaux et les modèles de perte de charge existants

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, l'équation de la loi de Darcy (I.3 :  $\Delta P = \mu R U_f$ ) nous mène à la détermination de la résistance à l'écoulement de l'air du filtre :  $R$ . L'équation (I.4), que nous allons rappeler ici nous conduit à trouver la fonction  $f(\alpha)$  :

$$R = 4 \times Z \frac{f(\alpha)}{d_f^2} \quad (\text{V.5})$$

La littérature se focalise donc sur des expressions de cette fonction et propose différents modèles depuis cinquante ans, résumés dans le Tableau V.9. Ces expressions sont classées en plusieurs catégories selon Jackson et James [20] :

- Modèles théoriques considérant le flux d'air parallèle aux fibres
- Modèles théoriques considérant le flux d'air perpendiculaire aux fibres
- Modèles empiriques considérant le flux d'air aléatoire aux fibres

*Tableau V.9 - Expressions de  $f(\alpha)$  trouvées dans la littérature*

<b>Auteurs</b>	<b>Expression of <math>f(\alpha)</math></b>	<b>Arrangement</b>
Langmuir [21]	$\frac{4\alpha}{-\ln \alpha - \frac{3}{2} + 2\alpha - \frac{\alpha^2}{2}}$	Flux d'air parallèle aux fibres
Happel [22]	$\frac{8\alpha}{-\ln \alpha - \frac{\alpha^2 - 1}{\alpha^2 + 1}}$	Flux d'air perpendiculaire aux fibres
Kuwabara [23]	$\frac{8\alpha}{-\ln \alpha - \frac{3}{2} + 2\alpha}$	Flux d'air perpendiculaire aux fibres
Stechkina [24]	$\frac{8\alpha}{-\ln \alpha - \frac{3}{2}}$	Flux d'air perpendiculaire aux fibres
Davies [11]	$16\alpha^{3/2}(1+56\alpha^3)$	Flux d'air aléatoire aux fibres
Henry [25]	$2,446\alpha + 38,16\alpha^2 + 138,9\alpha^3$	Flux d'air aléatoire aux fibres

On remarque que toutes ces fonctions ont comme unique paramètre la compacité, puisque que l'épaisseur et le diamètre des fibres sont utilisés comme variables dans l'équation globale. Les cinq séries d'échantillons retenues et leurs caractéristiques pour comparer les modèles sont dans le Tableau V.10 :

*Tableau V.10 - Caractéristiques structurelles et pertes de charges des structures utilisées pour les comparaisons avec les modèles issus de la littérature*

<b>Séries</b>	<b>Masse surfacique (g/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Epaisseur (mm)</b>	<b>Compacité</b>	<b>Diamètre moyen (µm)</b>	<b>Perte de charge (Pa)</b>
1ère série	[150 – 350]	[0,5 – 1,25]	[0,15 – 0,21]	[11 – 28]	[14 – 220]
Mélanges	[150 – 230]	[0,8 – 1,4]	[0,09 – 0,2]	[10 – 40]	[7 – 92]
Géométrie particulière	[150 – 250]	[1 – 1,5]	[0,12 – 0,2]	[11 – 25]	[24 – 143]
Pie-wedge	[150 – 230]	[0,4 – 1,2]	[0,1 – 0,3]	[4 – 16]	[29 – 1640]

L'intérêt d'utiliser tous ces échantillons nous permet d'avoir une palette plus large de caractéristiques structurelles, avec par exemple des diamètres de fibres allant de 4 à 30 µm, des compacités de 0,09 à 0,3 mais aussi des pertes de charges allant de 7 à 1600 Pa. Cette gamme nous permettra de confronter avec pertinence les modèles existants.

Pour comparer ces résultats avec les modèles existants, nous allons définir une fonction  $f(\alpha)$  pour chaque échantillon. En utilisant les expressions (I.5 et I.6), on peut exprimer  $f(\alpha)$  en fonction des caractéristiques structurelles du matériau :

$$f(\alpha) = \frac{d_f^2 \times \Delta P_{exp}}{4\mu Z U_f} \quad (V.6)$$

Avec  $\Delta P_{exp}$  la perte de charge obtenue expérimentalement.

Une fois les valeurs obtenues pour tous les échantillons, on trace la courbe  $f(\alpha)$  en fonction de son paramètre  $\alpha$  et on utilisera cet ensemble de points visible sur la Figure V.7 pour comparer les modèles existants.

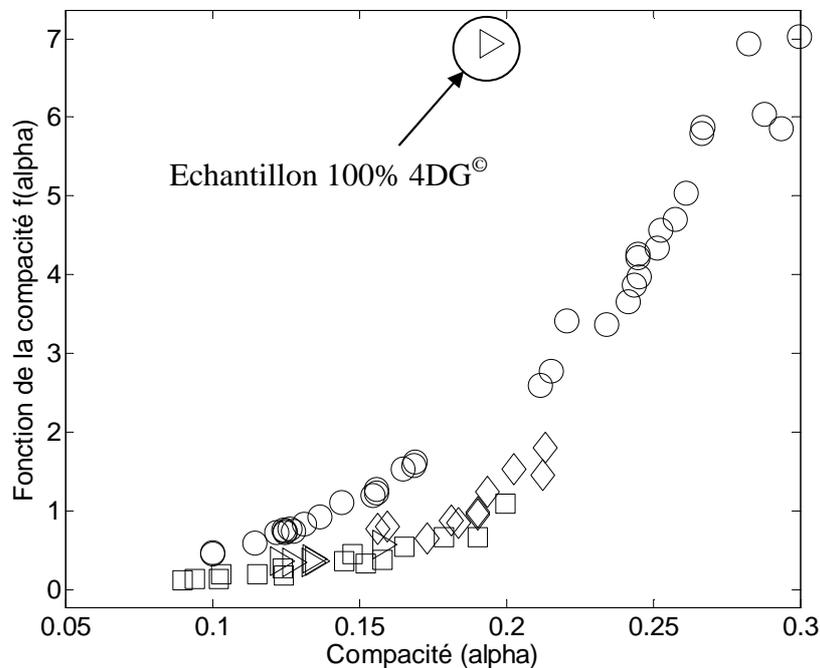


Figure V.7 -  $f(\alpha)$  en fonction de la compacité avec  $\diamond$  1ère série,  $\square$  mélanges,  $\triangleright$  géométrie particulière,  $\circ$  Pie-wedge

Sur la Figure V.7 on aperçoit une tendance entre la compacité et la fonction  $f(\alpha)$  pour tous les échantillons. Cependant on observe qu'un point sort de cette tendance, c'est la fibre de 4DG, à cause de sa grande surface spécifique pour un grand diamètre équivalent. Comme précédemment dans le modèle d'efficacité, il semble que la géométrie particulière de la 4DG nous mène encore à une limite des modèles. Nous en reparlerons à la fin de cette partie.

Les coefficients de corrélations  $r$  obtenus entre les six modèles de  $f(\alpha)$  présentés dans le Tableau V.9 et les résultats expérimentaux sont montrés dans le Tableau V.11.

*Tableau V.11 - Résultats des coefficients de corrélation entre les fonctions  $f(\alpha)$  expérimentales et théoriques*

	Langmuir et Happel	Happel	Kuwabara	Fuchs et Stechkina	Davies	Henry et Ariman
r	0,9739	0,8218	0,9792	0,9552	0,9686	0,9732

On observe que la meilleure corrélation est avec le modèle de Kuwabara avec un r de 0,9792. Tous les modèles utilisés mis à part celui de Happel ont un coefficient de corrélation supérieur à 0,95 ce indique une bonne estimation de la perte de charge. La question est, peut-on encore améliorer ce résultat en adaptant mieux l'approximation de  $f(\alpha)$  en fonction de la compacité ?

### **V.2.2. Développement d'un modèle analytique pour la prédiction de la perte de charge initiale**

L'objectif est donc d'améliorer la prédiction de la perte de charge initiale en utilisant la courbe de la Figure V.7. Avec l'aide d'un logiciel d'ajustement de courbes disponible dans la suite Matlab, on peut utiliser différents types de régression pour obtenir une courbe d'approximation de la fonction  $f(\alpha)$ . La régression qui ajuste au mieux l'ensemble de points est une fonction rationnelle avec un dénominateur polynomial de degré 2, qui est présentée dans la Figure V.8.

Cette fonction rationnelle exprimée ci-dessous nous permet d'obtenir un coefficient de corrélation de 0,98 supérieur à ceux obtenus avec les modèles issus de la littérature.

$$f(\alpha) = \frac{0,01541}{\alpha^2 - 0,5707\alpha + 0,08375} \quad (V.7)$$

Il est à noter que nous avons exclu de la courbe l'échantillon 100% 4DG. On remarque aussi sur la Figure V.8 qu'un seul point correspondant à un échantillon de pie-wedge sort des limites de confiances fixées à 95%.

Les résultats obtenus pour une compacité proche de 0,3 montrent une allure de courbe ne correspondant pas à ce qu'on pourrait imaginer, c'est-à-dire une augmentation de  $f(\alpha)$  avec la compacité. Le fait est que nous n'avons que quatre échantillons, correspondants à des nontissés pie-wedge calandré ayant cette compacité. Il nous faudrait plus d'échantillons pour affiner la courbe à cet endroit. On peut donc considérer que le modèle est valable uniquement pour une compacité comprise entre 0,09 et 0,3 avec un taux d'erreur plus important autour de 0,3.

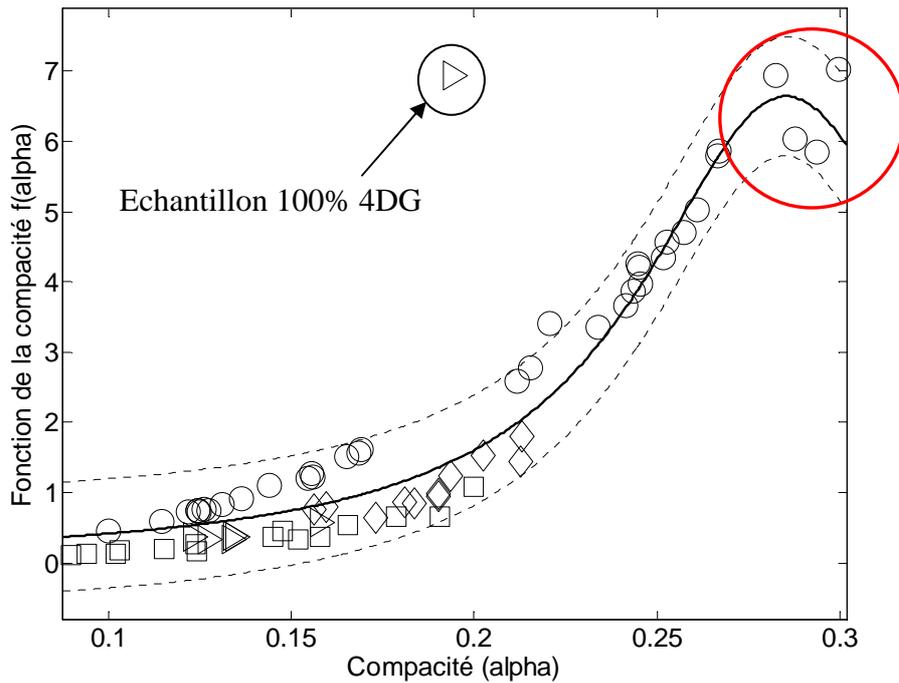


Figure V.8 - Ajustement de la fonction  $f(\alpha)$  avec la fonction rationnelle à 95% de degré de confiance

En effectuant une corrélation linéaire entre les résultats expérimentaux et les résultats de perte de charge calculés à l'aide des équations (V.5) et (V.7) on obtient l'ensemble de points représentés dans la Figure V.9

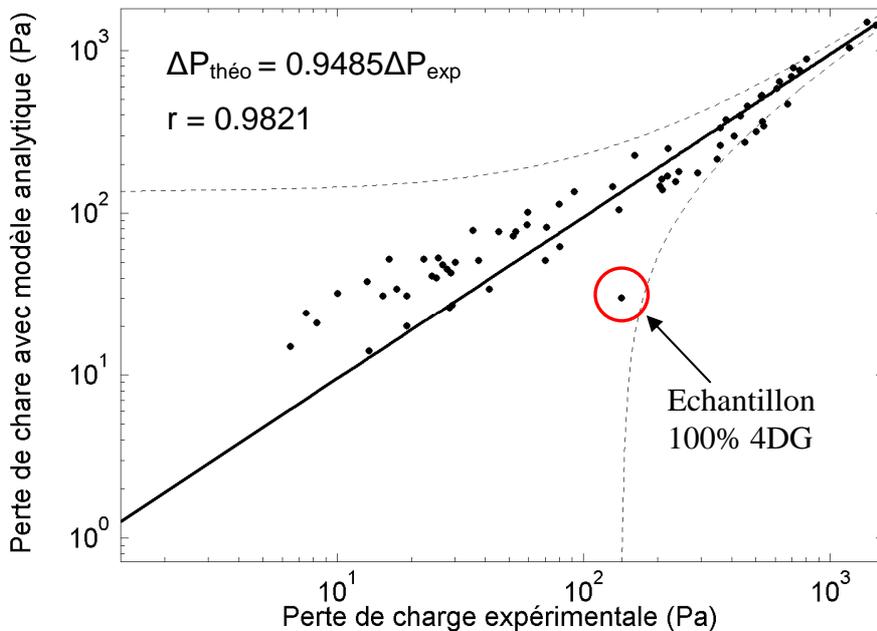


Figure V.9 - Corrélation linéaire entre résultats expérimentaux et résultats modélisés

Les résultats montrent au final une bonne prédiction de la perte de charge par le modèle, tous les points sont dans l'intervalle de confiance fixé à 95% on note cependant que l'échantillon

de 4DG semble loin de la droite. En effet, la perte de charge prédite est beaucoup plus faible que la perte de charge mesurée expérimentalement. Ce résultat montre de la même façon qu'avec l'efficacité que certaines caractéristiques structurelles du matériau nontissé limitent les modèles actuels. Le tracé des limites de confiances nous montre aussi que pour des faibles valeurs de perte de charge, la marge d'erreurs est, en valeur absolue plus élevée. Nous allons maintenant dans la fin de cette partie tenter d'améliorer le modèle en prenant en compte le facteur de forme des fibres comme nous l'avons fait avec l'efficacité de filtration initiale.

### **V.2.3. Prise en compte du facteur de forme dans l'amélioration du modèle analytique de perte de charge initiale**

Les valeurs expérimentales obtenues sur la perte de charge initiale des échantillons 100% 4DG nous donnent une moyenne de 140 Pa tandis que la valeur observée avec le modèle analytique développé est de 30 Pa. En utilisant le même cheminement qu'avec le modèle d'efficacité de filtration initiale nous pouvons tenter d'améliorer le modèle.

Tout d'abord en utilisant les équations I.3 et I.4 on peut exprimer la perte de charge comme suit :

$$\Delta P = 4\mu Z U_f \frac{f(\alpha)}{d_f^2} \quad (V.8)$$

En incluant le facteur de forme  $\varphi$  dans cette équation on obtient une nouvelle expression de la perte de charge :

$$\Delta P = 4\mu Z U_f \frac{f(\alpha) \times \varphi}{d_f^2} \quad (V.9)$$

Avec le modèle on obtient une nouvelle valeur de perte de charge initiale avec l'échantillon 100% 4DG qui est de 83 Pa, en l'incluant cette nouvelle valeur dans la série de points de la courbe Figure V.9 on obtient le graphique de la Figure V.10.

La correction permet de rapprocher la valeur de perte de charge théorique de l'échantillon 4DG de la courbe de régression linéaire. Cependant nous sommes encore loin de la valeur de 140 Pa. Une explication pourrait être l'observation faite sur les images MEB des échantillons 4DG dans le chapitre 3. Il a été dit que l'opération d'hydroliage combinée avec le compactage avait aplati les fibres augmentant de ce fait la compacité et empêchant l'écoulement de l'air au travers de la structure. Cette caractéristique structurelle n'est absolument pas prise en compte dans ce modèle ce qui peut donc expliquer l'écart entre la théorie et la pratique.

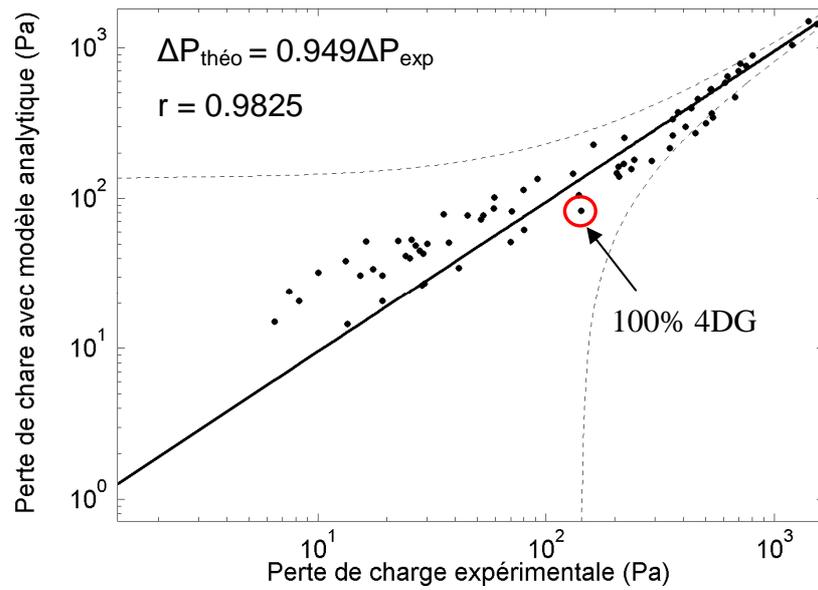


Figure V.10 - Corrélation linéaire entre les pertes de charges initiales théoriques et expérimentales incluant la correction du facteur de forme

La littérature nous a montré que plusieurs modèles de perte de charge initiale existent, basés sur des séries d'échantillons ou sur des arrangements de fibres aujourd'hui dépassés. La mise en œuvre d'un nouveau modèle de type analytique basé sur des échantillons ayant des caractéristiques structurales plus proches des problématiques actuelles en filtration de l'air nous semblait judicieuse. Ce nouveau modèle confronté aux résultats expérimentaux a montré un très bon coefficient de corrélation, meilleur que les modèles existants mais avec cependant des limites notamment dans les échantillons avec des fibres de forme de section spéciales. En adaptant l'équation au facteur de forme des fibres, on corrige les résultats théoriques dans une certaine mesure. La prise en compte d'autres caractéristiques structurales nous permettrait de s'approcher encore plus des résultats expérimentaux.

### V.3. Développement d'un logiciel de prédiction des propriétés de filtration d'un nontissé filtrant

L'objectif de nos études était de définir des relations entre les propriétés de filtration et les caractéristiques structurelles de nontissés. L'étude des modèles existants et le développement de nouveaux modèles incluant de nouvelles caractéristiques des matériaux améliorent notre approximation des résultats. Nous avons aussi vu que certaines des caractéristiques structurelles telles que la tortuosité, l'arrangement fibreux... ne sont pas encore considérées dans les modèles. Cependant les modèles présentés précédemment nous permettent tout de même de développer une interface graphique avec les caractéristiques structurelles en entrée et les propriétés de filtration en sortie. Cette interface nous aide à orienter les futures structures filtrantes. Cette partie traitera tout d'abord du développement de l'interface pour la prédiction des propriétés de filtration de monocouches nontissés puis nous présenterons un modèle et l'interface pour la modélisation des propriétés de filtration de structures multicouches.

#### V.3.1. Développement de l'interface de filtration pour des nontissés monocouches

Pour le développement de l'interface, nous utiliserons les modèles présentés dans les parties précédentes. Le schéma de la Figure V.11 présente les paramètres utilisés en entrée et obtenus en sortie. Le facteur de forme ainsi que l'approximation de Sakano [16] pour les mélanges de fibres sont inclus dans le logiciel.

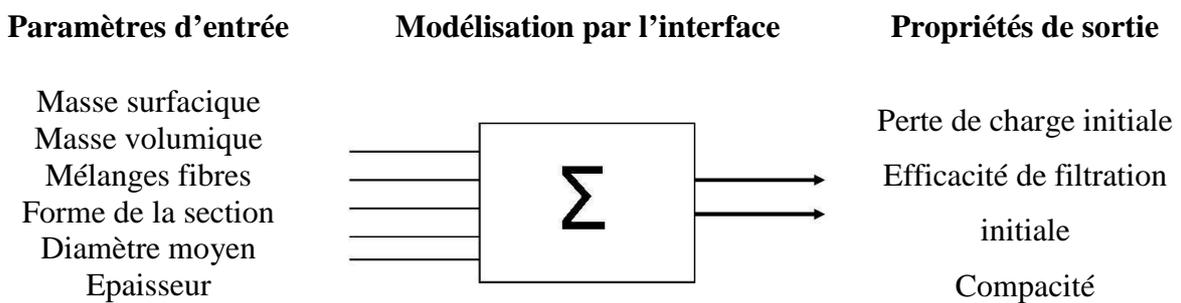


Figure V.11 - Schématisation des paramètres entrées/sorties de l'interface graphique de filtration

L'interface est programmée sous le logiciel Matlab en utilisant du langage C orienté objet avec l'obtention de variables lors de la création des objets sur l'interface graphique de Matlab. La Figure V.12 présente l'interface graphique développée sous Matlab. Les paramètres

d'entrées cités ci-dessus se retrouvent dans le logiciel, on remarque que l'on est limité à un mélange de deux fibres. Les propriétés de sorties sont l'efficacité de filtration pour l'aérosol de paraffine (0,6  $\mu\text{m}$ ) et pour l'aérosol de fluorescéine (0,18  $\mu\text{m}$ ) ainsi que la compacité, la perte de charge et une approximation de la perméabilité à l'air à partir du résultat de perte de charge. La présence d'un graphique nous permet d'obtenir un profil de l'efficacité et des efficacités de diffusion, interception et impaction en fonction de la granulométrie des particules. Cette dernière est comprise entre 0,01 et 10  $\mu\text{m}$  mais les valeurs qui nous intéressent réellement sont comprises entre 0,1 et 1  $\mu\text{m}$ .

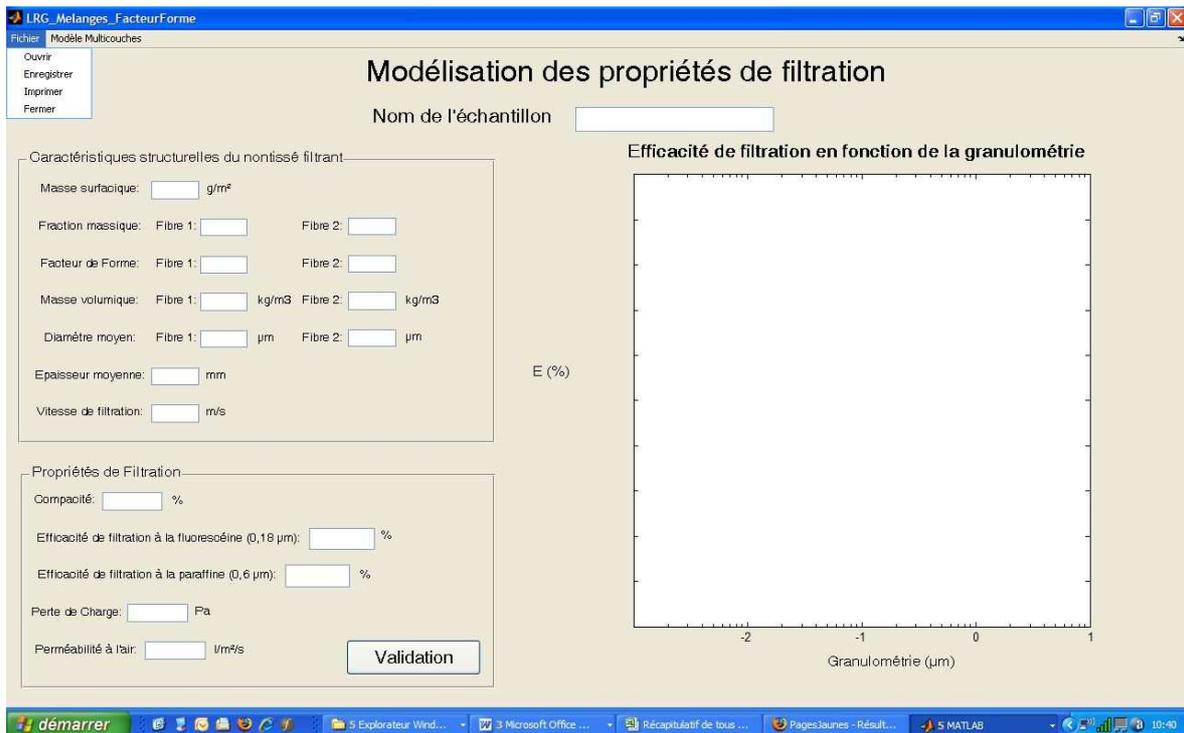


Figure V.12 - Présentation de l'interface graphique

Un menu nous permet d'enregistrer les résultats dans un fichier Excel afin d'exploiter les valeurs obtenues pour chaque diamètre de particules. Il nous permet aussi d'imprimer les résultats et d'ouvrir des caractéristiques structurelles de nontissés exportées au préalable en format csv.

La Figure V.13 nous présente cette-fois ci les résultats après avoir entré les caractéristiques structurelles. Le profil obtenu sur le graphique nous montre bien la zone MPPS évoquée par la littérature. Les mécanismes de diffusion et d'interception sont majoritaires pour la vitesse de filtration utilisée, l'impaction ne s'applique que pour des particules supérieures à 1  $\mu\text{m}$  de diamètre et donc en dehors de la zone MPPS pour ce cas. L'échantillon test utilisé nous permet d'utiliser deux types de fibres différentes, une de polypropylène ( $\rho = 900 \text{ kg/m}^3$ ) et une de polyester ( $\rho = 1380 \text{ kg/m}^3$ ), avec des proportions massiques différentes, des diamètres

différents et deux facteurs de formes distincts. Cet échantillon n'a jamais été développé, il sert juste de test pour confronter toutes les possibilités offertes par le logiciel.

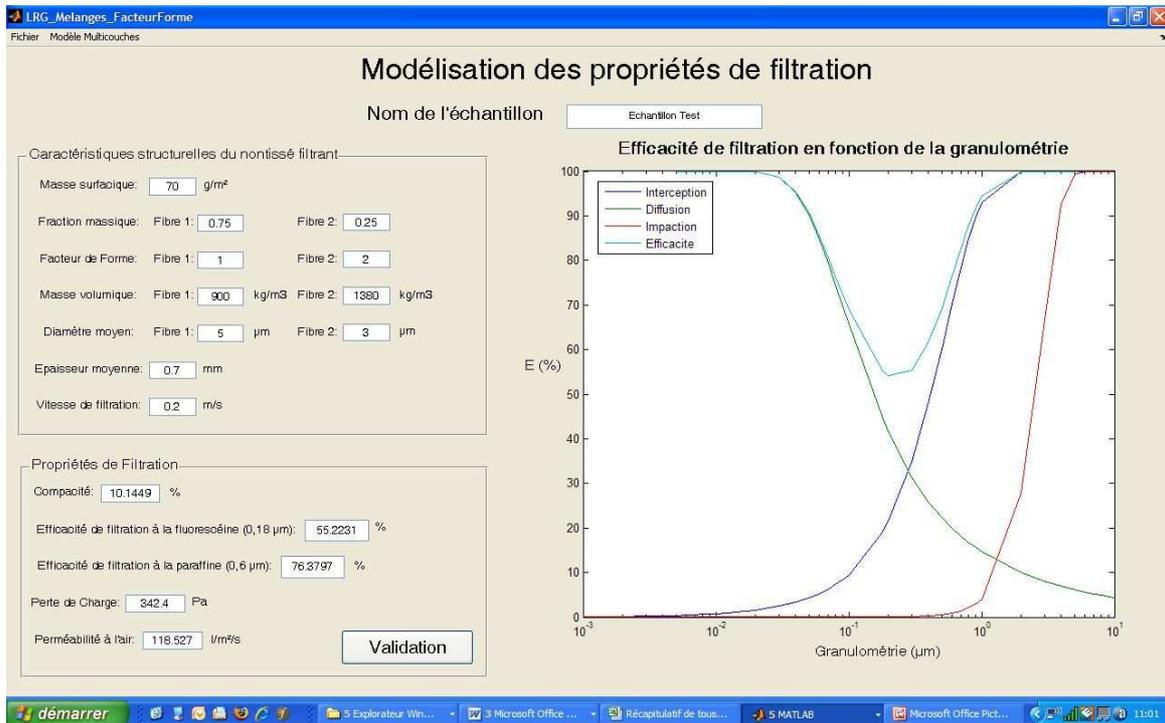


Figure V.13 - Présentation des résultats obtenus sur l'interface

Cette interface nous permet donc d'utiliser les modèles présentés dans ce chapitre avec plus de facilité d'utilisation et un résultat rapide. Cependant on pourrait encore l'améliorer en ajoutant d'autres caractéristiques structurelles en entrée.

### V.3.2. Développement de l'interface de filtration pour des nontissés multicouches

Nous avons vu dans le chapitre 4 que pour améliorer le compromis perte de charge/efficacité de filtration, il est préférable de combiner des structures pour profiter d'une synergie. A partir de résultats expérimentaux, nous avons déduit une relation entre les propriétés de filtration d'un nontissé monocouche et d'un multicouche.

#### V.3.2.1. Matériels et méthodes

Nous allons utiliser quatre nontissés déjà développés, pour lesquels nous connaissons parfaitement les propriétés de filtration et les caractéristiques structurelles notées dans le Tableau V.12.

*Tableau V.12 - Caractéristiques structurelles et propriétés de filtration des monocouches utilisées*

Référence	Diamètre moyen fibres (µm)	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Épaisseur à 1 kPa (mm)	Compacité	Perte de Charge (Pa)	Efficacité à 0,6 µm (%)
A	13,13	176	0,86	14,87%	107	18,24%
B	13	265	1,08	16,25%	178	22,22%
C	4	20	0,16	13,89%	122	36%
D	7,9	150	0,77	15,60%	209	35,15%

Ces échantillons nous permettent de balayer une gamme de 4 à 13 µm de diamètre moyen de fibres, une masse surfacique de 20 à 250 g/m<sup>2</sup> et une épaisseur de 0,16 à 1,08 mm. Les propriétés de filtration nous donnent aussi un large choix avec une perte de charge située entre 100 et 200 Pa et une efficacité de filtration entre 18 et 36%.

Afin d'établir une relation entre les propriétés de filtration d'un monocouche et l'assemblage de plusieurs de ces monocouches nous allons tester des combinaisons de deux, trois et quatre couches des échantillons cités ci-dessus sur le banc de filtration à l'huile de paraffine. Les combinaisons testées sont : A+A, A+B, A+C, A+D, B+B, B+C, B+D, C+C, C+D, D+D, A+B+C, A+B+C+D. Nous n'accordons pas d'importance au sens des couches car d'après les travaux de Hongqing et al. [26], l'ordre des couches filtrantes importe peu sur les propriétés de filtration. Les monocouches sont disposées les unes sur les autres perpendiculairement au flux de l'air, il n'y a donc pas d'assemblage ou d'intimité entre les couches filtrantes.

### **V.3.2.2. Résultats et discussions**

Dans le Tableau V.13 sont affichés les résultats des manipulations sur le banc de filtration. Trois essais de filtration sont effectués pour chaque échantillon.

*Tableau V.13 - Propriétés de filtration expérimentales obtenues sur la superposition de monocouches de références*

Références	Perte de charge expérimentale (Pa)	Efficacité de filtration expérimentale
A+A	217 ± 12	31,55% ± 0,8%
A+B	275 ± 9	38,10% ± 1,4%
A+C	225 ± 8	47,93% ± 1,6%
A+D	317 ± 10	47,47%± 1,5%
B+B	350 ± 6	39,03% ± 1%
B+C	295 ± 9	51,02% ± 1,6%
B+D	385 ± 13	49,34% ± 1,6%
C+C	246 ± 7	58,63% ± 2,1%
C+D	330 ± 8	58,89% ± 2%
D+D	423 ± 12	58,21% ± 1,8%
A+B+C	400 ± 15	59,31% ± 2,4%
A+B+C+D	614 ± 20	73,78% ± 2%

Il semble qu’une tendance s’inscrit à la fois pour la perte de charge et l’efficacité de filtration. En effet, il apparaît que la perte de charge d’un multicouche est la somme des pertes de charge des monocouches soit :

$$\Delta P_{multi} = \sum_{k=1}^{k=n} \Delta P_n \quad (V.10)$$

Avec k le nombre de couches.

De l’autre côté, on trouve que l’efficacité de filtration d’un multicouche est le produit des opposés des efficacités de filtration des monocouches :

$$E_{multi} = 1 - \prod_{k=1}^{k=n} (1 - E_n) \quad (V.11)$$

Ces équations ne sont pas sans rappeler la littérature et les différents auteurs exprimant l’efficacité globale d’un filtre à partir des efficacités unitaires de collection des fibres. De plus l’équation (V.11) ressemble à une approche de Kasper [27] qui tentait d’exprimer différemment l’efficacité globale d’un filtre par le produit des perméances des fibres.

Les résultats pour la perte de charge et l’efficacité modélisées sont disponibles dans la Figure V.14 sous la forme d’une corrélation linéaire entre les résultats modélisés et les résultats obtenus expérimentalement.

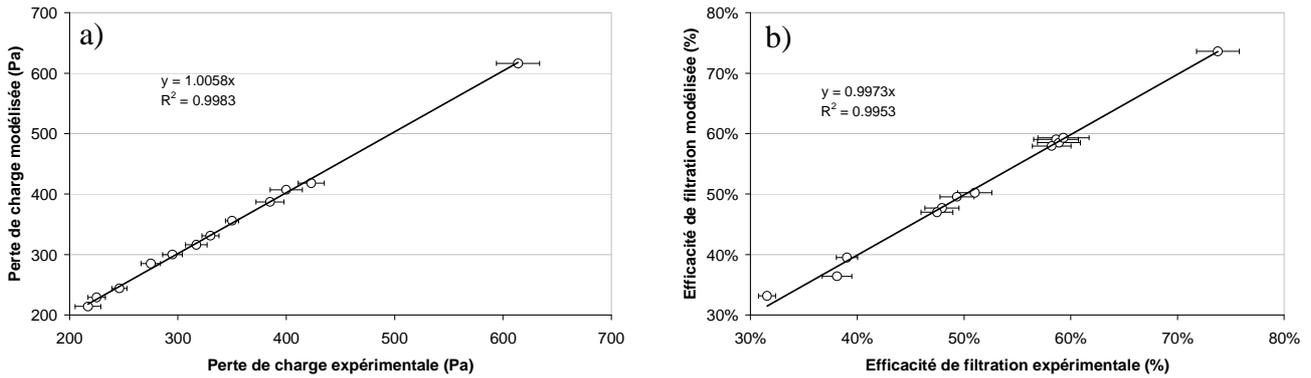


Figure V.14 - Corrélation linéaire entre les propriétés de filtration multicouches expérimentales et modélisées. a) Perte de charge. b) Efficacité.

Les courbes montrent que les prédictions des propriétés de filtration sur les multicouches sont « quasi-identiques » aux propriétés de filtration expérimentales. Quasi, car les écart-types mesurés entre chaque manipulation nous montre que même si nous avons tenté de prendre des échantillons identiques, le matériau textile étant par définition hétérogène, nous ne pouvons reproduire les expérimentations avec une parfaite exactitude. Mais cependant les pentes des courbes a) et b) sont très proches de 1 et le coefficient  $R^2$  est lui aussi proche de 1, on peut donc considérer l'utilisation de ces deux équations dans la prédiction des propriétés de filtration d'échantillons multicouches à partir des propriétés des monocouches, bien qu'elles ne nous permettent pas de connaître les caractéristiques d'un filtre multicouches directement.

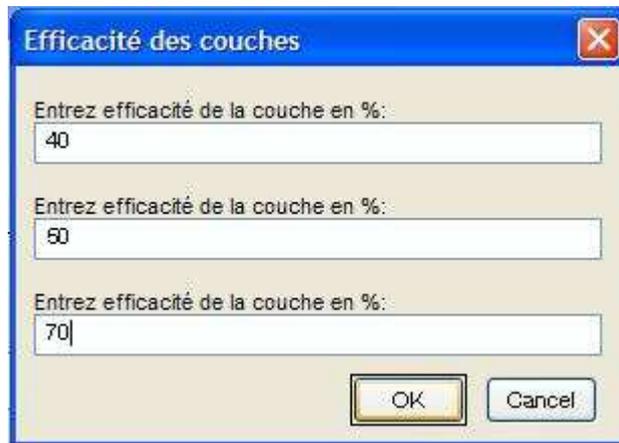
### V.3.2.3. Développement de l'interface graphique de filtration

La réalisation de l'interface graphique pour la détermination des propriétés de filtration de multicouches filtrantes est incorporée au logiciel de filtration présenté plus haut. Il consiste en une fenêtre nous demandant le nombre de couches composées par le nontissé (Figure V.15).



Figure V.15 - Menu de l'interface graphique pour la détermination des propriétés de filtration de nontissé multicouches

Comme nous l'avons dit précédemment il est nécessaire de connaître les propriétés de filtration de chacune des monocouches car elles sont demandées par la suite dans le logiciel. (Figure V.16).



*Figure V.16 - Introduction des propriétés de filtration des monocouches*

Le résultat est ensuite affiché dans le menu de la Figure V.15 avec les pertes de charge et efficacités de filtration initiales de la structure multicouche.

## V.4. Conclusion

Ce chapitre avait pour but de présenter les différentes approches de la modélisation des propriétés de filtration au travers de la littérature. Ces études nous ont permis de sélectionner un modèle d'efficacité de filtration initiale en accord avec nos résultats expérimentaux : le modèle LRG. Elles nous ont aussi permis de développer notre propre modèle de perte de charge initiale plus proche des échantillons que nous avons développés.

Au travers de ces exemples, nous avons exposé les limites des modèles notamment dans la prise en compte des caractéristiques structurelles des nontissés. Nous avons pu incorporer le facteur de forme, la modélisation de multicouches et le mélange de deux fibres dans nos modèles, même si les corrélations avec les résultats expérimentaux ne sont pas toujours bonnes notamment dans le cas des mélanges de fibres. Cela est dû à notre hypothèse de départ qui impose les deux populations de fibres comme indépendantes en terme de contribution aux propriétés de filtration. Cette hypothèse est fautive et il faut considérer la structure dans son ensemble avec des paramètres comme la distribution de taille des fibres, la tortuosité, l'arrangement fibreux...

Néanmoins la précision dans de nombreux cas de ces modèles nous permet de développer sous Matlab un logiciel de prédiction des performances par l'intégration de certains paramètres structures. Ce logiciel nous permet de cibler plus exactement les caractéristiques structurelles à atteindre lors du développement des échantillons.

## Références Bibliographiques

- [1] T. Frising, D. Thomas, P. Contal, D. Bémer, D. Leclerc, *Influence of filter fibre size distribution on filter efficiency calculations* – (2003), Institution of Chemical Engineers, Vol. 81, Part A.
- [2] T. Frising, *Etude de la filtration des aérosols liquides et de mélanges d'aérosols liquides et solides* – (2004), Thèse présentée à l'INPI.
- [3] J. Pitch, *Gas filtration theory, Filtration – Principles and Practices* – (1977), (Orr. C. Ed.) Part I, Marcel Dekker, New York.
- [4] S. Kuwabara, *The forces experienced by randomly distributed parallel circular cylinder or spheres in a viscous flow at small Reynolds numbers* – (1959), Journal of the Physical Society of Japan, vol. 14, pp. 527 – 532.
- [5] I.B. Stechkina, N.A. Fuchs, *Studies on fibrous aerosol filters – I – Calculation of diffusional deposition of aerosols in fibrous filters* – (1966), Annals of Occupational Hygiene, Vol. 9, pp. 59 – 64.
- [6] I.B. Stechkina, A.A. Kirsch, N.A. Fuchs, *Investigations of fibrous filters for aerosols calculation of aerosol deposition in model filters in the region of maximum particle breakthrough* – (1969), Kolloidnyi zhurnal, Vol. 31, pp. 121 – 126.
- [7] A.A. Kirsch, U.V. Zhulanov, *Measurement of aerosol penetration through high efficiency filters* – (1978), Journal of Aerosol Science, Vol. 9, pp. 291 – 298.
- [8] K.W. Lee, B.Y.H. Liu, *Theoretical study aerosol filtration by fibrous filters* – (1982), Aerosol Science and Technology, Vol. 1, pp. 147 – 161.
- [9] B.Y.H. Liu, K.L. Rubow, *Efficiency, pressure drop and figure of merit of high efficiency fibrous and membrane filter media* – (1990), 5th World filtration Conference, Nice, France.
- [10] S. Payet, *Filtration stationnaire et dynamique des aérosols liquides submicroniques* – (1991), Thèse, Université Paris XII.
- [11] C.N. Davies, *Air filtration* – (1973), Academic Press London, New York.
- [12] H.C. Yeh, B.Y.H. Liu, *Aerosol filtration by fibrous filters – II – Experimental* – (1974), Journal of Aerosol Science, Vol. 5, pp. 205 – 217.
- [13] G. Miecret, J. Gustavsson, *Mathematic expression of HEPA and ULPA filters efficiency experimental verification – Practical alliance to new efficiency test methods* – (1989), Contamiexpert, Versailles, France.
- [14] R. Gougeon, *Filtration des aérosols liquides par les filtres à fibres en régimes d'interception et d'inertie* – (1994), Thèse, Université Paris XII.

- [15] S.K. Suneja, C.H. Lee, *Aerosol filtration by fibrous filters at intermediate Reynolds numbers (<100)* – (1974), Atmospheric Environment, Vol. 8, pp. 1081 – 1094.
- [16] T. Sakano, Y. Otani, N. Namiki, H. Emi, *Particle collection of medium performance air filters consisting of binary fibers under dust loaded conditions* – (2000), Separation and Purification Technology, Vol. 19, pp. 145 – 152.
- [17] R.C. Brown, A. Thorpe, *Glass-fiber filters with bimodal fiber size distribution* – (2001), Powder Technology, Vol. 118, pp. 3 – 9.
- [18] S. Jaganathan, H. Vahedi Tafreshi, B. Pourdeyhimi, *On the pressure drop prediction of filter media composed of fibers with bimodal diameter distribution* – (2008), Powder Technology, Vol. 181, pp. 89 – 95.
- [19] T. Frising, D. Thomas, P. Contal, D. Bémer, D. Leclerc, *Influence of filter fiber size distribution on filter efficiency calculations* – (2003), Institutional Chemical Engineering, Vol. 81, pp. 1179 – 1184.
- [20] G.W. Jackson, D.F. James, *The permeability of fibrous porous media* – (1986), The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol. 64, pp. 317-330.
- [21] I. Langmuir, *Report on smokes and filters, Section I* – (1942), U.S.S Office of Scientific Research and Development, 865, part IV.
- [22] J. Happel, *Viscous flow in arrays of cylinders* – (1959), American International Chemical Engineering Journal, 5, pp 174-177.
- [23] S. Kuwabara, *The forces experience by randomly distributed parallel circular cylinders or spheres in a viscous flow at small Reynolds numbers* – (1959), Journal of the Physical Society of Japan, 14, pp. 527-532.
- [24] I.N. Stechkina, N.A. Fuchs, *Studies on fibrous aerosol filters – I – Calculation of diffusional deposition of aerosols in fibrous filters* – (1966), Annals of Occupational Hygiene, 9, pp. 59-64.
- [25] F.S. Henry, T. Ariman, *An evaluation of the Kuwabara model* – (1983), Particulate Science and Technology, 1, pp. 1-20.
- [26] H. Shen, K.K. Leonas, *Study of layering order on filtration ability of surgical face masks* – (2006), Journal of Textile and Apparel Technology and Management, Vol. 5, Issue 3.
- [27] G. Kasper, O. Preining, M.J. Matteson, *Penetration of a multistage diffusio battery at various temperatures* – (1978), Journal of Aerosol Science, Vol. 9, pp. 331.



## **Conclusion Générale**



## Conclusion Générale

L'ensemble des travaux présentés dans ce manuscrit de thèse ont été réalisés dans le cadre d'un programme de recherche regroupant plusieurs partenaires industriels et scientifiques. Il avait pour objectif de développer et d'étudier de nouvelles structures filtrantes nontissées fonctionnalisables plus perméables à l'air et plus efficaces pour la filtration d'aérosols d'origine biologique.

L'étude bibliographique nous a permis dans un premier temps de comprendre la théorie de la filtration. L'écoulement du fluide et la capture de particules sont des mécanismes complexes, régis en grande partie par la structure du média fibreux. La littérature nous montre que diminuer le diamètre des fibres augmente l'efficacité de filtration mais diminue la perméabilité à l'air. Il en va de même lorsque l'on augmente la compacité. Modifier la forme de la section des fibres et l'orientation des fibres permet d'améliorer le compromis perméabilité à l'air et efficacité de filtration. D'autres paramètres ont aussi été identifiés, comme les propriétés physiques du fluide (vitesse) ou encore la nature des aérosols filtrés (liquides ou solides). Le traitement électrostatique est une solution répandue pour améliorer l'efficacité de filtration sans modifier la perte de charge. Il a cependant quelques inconvénients, notamment dans la tenue du traitement lors de l'exposition à des solvants.

La synthèse de l'actualité des nontissés filtrants montre que l'évolution des produits s'articule autour de trois axes : le développement de nouvelles fibres, l'utilisation de nouveaux procédés, ainsi que l'association innovante de procédés. Les fibres spéciales s'orientent autour de deux thématiques : la première consiste à diminuer le diamètre en utilisant des technologies de filage multicomposantes tandis que la seconde vise à modifier la géométrie de la fibre pour augmenter la surface spécifique de celle-ci. Le procédé electrospinning est une technologie émergente qui offre la possibilité de développer des structures avec des nanofibres de diamètre inférieur à 500 nm. Le procédé cardage/hydroliage, technologie versatile, permet l'utilisation d'une large gamme de fibres, autorise le mélange des fibres et propose la possibilité de combiner des structures pour profiter d'effets de synergie. Ce procédé offre par rapport au meltblown, une structure plus homogène. Dans le cadre des différentes investigations menées lors de nos travaux, nos choix de procédés et de matières premières se sont donc orientés vers ces technologies.

Après avoir présenté les techniques de mise en œuvre et de caractérisation au début du second chapitre, nous avons étudié un cas spécifique, le masque respiratoire. En effet, nous nous sommes particulièrement intéressés à des structures filtrantes de faible épaisseur possédant un bon compromis efficacité/perméabilité à l'air. Les masques respiratoires nécessitent des perméabilités à l'air élevées pour laisser respirer l'utilisateur tout en le protégeant des particules nocives avec une efficacité de filtration élevée. Cette étude nous a permis de passer en revue sa conception et de définir un cahier des charges pour notre structure nontissée et nos propriétés de filtration. Ce sont des produits multicouches, composés essentiellement de polypropylène fabriqués à partir des procédés de type meltblown et spunbond. Nous avons établi qu'il nous fallait obtenir une épaisseur de l'ordre du millimètre avec des fibres en dessous de 5  $\mu\text{m}$  pour obtenir une efficacité de filtration de 94 % et une perte de charge inférieure à 400 Pa. Nous avons vérifié que les charges électrostatiques présentes sur les couches filtrantes amélioraient l'efficacité de filtration de 20 à 30 % mais qu'elles ont de grandes chances de se dissiper lors d'un traitement de fonctionnalisation.

Enfin, pour conclure le deuxième chapitre, nous avons présenté la mise en œuvre de fibres spéciales, de type bicomposantes segmentées. La mise en œuvre de ces fibres spéciales dans la réalisation de structures filtrantes a nécessité l'étude de plusieurs paramètres d'hydroliage comme l'orientation des lames, la pression des jets d'eau et le nombre de rangées de buses. L'éclatement de ces fibres et leur répartition dans la structure sont les caractéristiques primordiales recherchées. L'orientation des lames en « V » a permis d'obtenir un facteur de qualité plus intéressant que l'orientation en « A » grâce à une répartition des fibres plus homogène qui facilite l'écoulement du fluide. L'augmentation de la pression a favorisé l'éclatement des fibres mais a compacté le matériau ce qui influence négativement la perméabilité à l'air. Le meilleur compromis entre les propriétés de filtration a été obtenu avec des lames à deux rangées de trous. Les photos au microscope électronique à balayage nous ont montré que l'éclatement se réalise plutôt en surface et qu'au cœur des échantillons, beaucoup de fibres restaient intactes. Avec l'aide de modèles de filtration nous avons pu estimer le diamètre moyen des fibres obtenus après fabrication. Nous avons réussi à obtenir pour certains échantillons, un diamètre de fibres inférieur à 5  $\mu\text{m}$ .

Le cœur de notre étude, visant à comprendre les relations entre les caractéristiques structurelles du nontissé et les propriétés de filtration a été étudiée dans le chapitre trois. Nous avons choisi par rapport à la littérature d'étudier les paramètres de structures suivants :

- Le diamètre des fibres
- La compacité du nontissé
- La forme de section des fibres
- Le mélange de deux diamètres de fibres

Nous avons choisi d'exprimer les propriétés de filtration en fonction de la longueur surfacique de fibres. Nous avons remarqué qu'avec une longueur surfacique de fibres donnée, on pouvait estimer une efficacité de filtration et une perméabilité à l'air correspondante sans prendre en compte d'autres caractéristiques. Cela est lié à l'importance très forte de cette caractéristique sur les propriétés de filtration. Nous avons tout de même confirmé les résultats issus de la littérature. A savoir que lorsque que l'on augmente la longueur surfacique de fibres, on augmente l'efficacité de filtration et inversement, on diminue la perméabilité à l'air. C'est un moyen pertinent et complémentaire au diamètre des fibres pour exprimer les propriétés de filtration.

Concernant la compacité, nous avons retrouvé des effets similaires à ceux observés par Lamb et al. [1]. Augmenter la compacité augmente l'efficacité de filtration de façon significative dans une zone comprise pour nos échantillons entre 10 et 20% puis au-delà de 20% de compacité on remarque que l'augmentation d'efficacité de filtration n'est plus significative. Ce résultat a aussi été observé de façon inverse pour la perméabilité à l'air. Nous avons conclu qu'à partir d'une certaine compacité, variable selon le type d'échantillon (diamètre moyen fibres, masse surfacique, épaisseur etc.) que l'empilement des fibres devient trop important et ne permet plus une évolution des propriétés de filtration significatives.

L'étude de la géométrie des fibres nous a montré que des fibres comme la 4DG avec un facteur de forme élevé permettent d'obtenir une valeur d'efficacité supérieure à celle attendue pour une fibre de ce diamètre. Cependant, là où nous espérions un ratio efficacité de filtration / perméabilité à l'air plus élevé que dans le cas de fibres circulaires, nous avons observé que l'écrasement des fibres 4DG lors de la fabrication empêchait l'écoulement du fluide.

Mélanger des diamètres de fibres différents nous a apporté des résultats très intéressants. En effet, nous avons observé que, globalement, l'efficacité de filtration était proportionnelle à la longueur surfacique de fibres fines. Donc pour une quantité de fibres fines donnée, on obtient une efficacité prévisible. En conservant cette longueur de fibres fines donnée et en ajoutant une quantité de fibres plus grosses, dites de « structuration » on obtient une efficacité équivalente mais une perméabilité à

l'air plus élevée. Nous sommes arrivés à la conclusion que les fibres grosses structuraient le nontissé, elle ont permis de diminuer la compacité et donc d'améliorer l'écoulement de l'air.

L'analyse statistique réalisée à la fin de ce troisième chapitre a confirmé les relations propriétés/structures. L'analyse en composantes principales à l'aide des projections des différents paramètres a montré que nos conclusions étaient correctes et que nous n'avions pas oublié de relations avec d'autres paramètres. La régression linéaire multiple nous a donné un modèle statistique de l'efficacité et de la perte de charge prenant en compte des paramètres de fabrication, de fibres et de structures. Même si les coefficients de corrélations ont indiqué que les modèles étaient fiables, certains résultats obtenus sur les longueurs surfaciques de fibres fines sont contradictoires. Cela nous rappelle qu'un modèle n'est jamais universel. Néanmoins, la pondération des effets de tous les paramètres étudiés sur les propriétés de filtration a souligné la forte influence des caractéristiques structurelles, devant les paramètres de fabrication et les fibres. Avec, en premier lieu la longueur surfacique de fibres suivie de la compacité.

L'association de structures envisagée dans le quatrième chapitre a montré le réel avantage à utiliser le procédé de fabrication cardage/hydroliage. La combinaison de structures monocouches dans le cadre du développement d'un filtre à gradient de porosité et de diamètre de fibres a montré une amélioration du compromis perméabilité à l'air/efficacité de filtration.

Toujours grâce à ce procédé de fabrication, la réalisation d'une structure filtrante multifonctionnelle a été possible. Ce nontissé composite créé à partir de couches hydrophiles et hydrophobes facilite la fonctionnalisation sur la partie hydrophile et la création de charges électrostatiques sur la partie hydrophobe.

Enfin, à l'aide d'un partenariat avec l'université de Gand, il nous a été possible d'obtenir des structures réalisées par technique d'electrospinning. L'avantage de ces structures nanofibres est l'amélioration des propriétés de filtration par rapport à des structures microfibrilles. La présence de charges électrostatiques a été observée mais dans une moindre mesure que sur des filtres de type électret. Nous avons émis l'hypothèse que le nombre de Knudsen expliquerait les résultats obtenus. En effet, à l'échelle des nanofibres, l'écoulement de l'air autour des fibres est différent que sur les microfibrilles. La vitesse n'est pas nulle à la surface de la fibre, le fluide glisse sur les fibres. L'utilisation du polyamide 6-6 s'est montrée plus intéressante que le polyamide 6. Les structures fibreuses obtenues avec le PA66 ont un meilleur compromis efficacité/perte de charge avec des propriétés plus homogènes. Cependant nous avons aussi montré que les propriétés mécaniques

étaient insuffisantes, notamment pour des vitesses de filtration élevées. L'utilisation du support semblait être la solution la plus logique, seulement aucune adhésion ne s'est faite avec celui-ci. Néanmoins, il a rempli son rôle de protection contre le flux d'air. En conclusion, ce chapitre montre que l'on peut combiner les propriétés de chaque couche qu'elle soit pour la filtration, pour la structuration ou pour la protection afin d'obtenir un nontissé composite adapté.

La modélisation des propriétés de filtration est une étape complémentaire à notre étude. A partir de la littérature nous avons identifié de nombreux modèles que nous avons confrontés à nos résultats expérimentaux. Pour l'efficacité de filtration, c'est le modèle LRG qui a retenu notre attention, avec un coefficient de corrélation très élevé. Pour la perte de charge, nous avons souhaité développer notre propre modèle analytique à partir des résultats expérimentaux. Ce modèle a donné un coefficient de corrélation plus élevé que les modèles existant sur nos échantillons.

Les modèles ont toutefois montré certaines limites, notamment dans la prise en compte des caractéristiques structurelles des nontissés. La géométrie des fibres ou encore le mélange de fibres sont des paramètres pour lesquels nous avons observé des écarts entre la théorie et les expérimentations. Au cours de nos travaux, nous avons proposé d'inclure le facteur de forme dans les modèles d'efficacité et de perte de charge ce qui nous a permis d'être plus proche des résultats expérimentaux dans le cas de fibres non-cylindriques. Cependant, pour être parfaitement en adéquation avec les expérimentations, il faudrait retravailler les équations d'écoulement de fluide autour de fibres à forme de section particulières. Pour les mélanges de fibres, nous avons utilisé l'approximation de Sakano [2]. Il a estimé que l'on pouvait prédire l'efficacité de filtration d'un filtre constitué d'une distribution de diamètre de fibres bimodale par le pourcentage massique de chaque fibre. Son hypothèse est donc de ne pas considérer les interactions au niveau de la structure des deux populations de fibres. Bien sûr dans le cadre de nos mélanges de fibres, la modélisation avec cette approximation n'a pas permis de s'approcher des résultats expérimentaux. Même si les résultats sont plus proches qu'en utilisant le diamètre moyen. Cela veut dire que nous devons considérer la structure dans son ensemble avec des paramètres comme la distribution de taille des fibres, la tortuosité, l'arrangement fibreux...

Nous avons développé une interface logicielle de prédiction des propriétés de filtration sous Matlab® à l'aide des modèles étudiés. Ce logiciel nous permet à partir des prédictions de définir les paramètres de structure pertinents pour le développement de nontissés filtrants lors de nos expérimentations.

Au final, ces travaux ont montré l'intérêt de développer des médias fibreux nontissés pour aider à la compréhension des mécanismes de filtration. L'utilisation du procédé de fabrication cardage/hydroliage offre une alternative intéressante face aux procédés classiques meltblown/spunbond. Il permet en outre en utilisant des fibres spéciales d'obtenir des structures avec des diamètres de fibres inférieurs à 5  $\mu\text{m}$  tout en gardant les avantages de la technologie en termes de souplesse, homogénéité, répartition des fibres. De plus, cette technologie permet d'associer différentes structures et de profiter d'effets de synergie. Nous pensons qu'aujourd'hui, l'amélioration des produits passe par ce type d'investigation. Notamment, en associant des structures microfibrilles à des structures nanofibrilles, on peut à la fois obtenir des propriétés homogènes et des compromis de filtration intéressants. Car aujourd'hui c'est bien le challenge proposé, obtenir une structure avec des caractéristiques contrôlées, homogènes mais avec des échelles nanométriques pour les propriétés de filtration. La voie est donc ouverte...le meilleur est encore à venir.

## Références Bibliographiques

- 
- [1] G.E.R. Lamb, P.A. Costanza, B. Miller, *Influences of fiber geometry on the performance of nonwoven air filters* – (1975), *Textile Research Journal*, 45, 452.
- [2] T. Sakano, Y. Otani, N. Namiki, H. Emi, *Particle collection of medium performance air filters consisting of binary fibers under dust loaded conditions* – (2000), *Separation and Purification Technology*, Vol. 19, pp. 145 – 152.