



HAL
open science

Séparation des nano-aérosols

Augustin Charvet

► **To cite this version:**

Augustin Charvet. Séparation des nano-aérosols. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université de Lorraine, 2023. tel-04249617

HAL Id: tel-04249617

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-04249617>

Submitted on 19 Oct 2023

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.



Mémoire présenté à l'Université de Lorraine
pour l'obtention de
l'Habilitation à Diriger des Recherches

École Doctorale SIMPPÉ

Sciences et Ingénierie des Molécules, des Produits, des Procédés et de l'Énergie

Mention : Génie des Procédés et des Produits et des Molécules

Séparation des nano-aérosols

Soutenue le mercredi 11 octobre 2023 par :

Augustin CHARVET

devant le jury composé de :

Rapporteurs

GEHIN Evelyne	Professeure - Université Paris Est Créteil / CERTES
KASPER Gerhard	Professeur - Karlsruher Institut für Technologie (KIT)
MEIRELES Martine	Directrice de Recherche - LGC

Examineurs

BEMER Denis	Chargé d'études INRS
GONZE Evelyne	Professeure - Université de Savoie Mont Blanc / LOCIE
THOMAS Dominique	Professeur - Université de Lorraine / LRGP (parrain scientifique)

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES	1
INTRODUCTION	3
CARACTERISATION DES NANO-AEROSOLS	5
1.1. Contribution à la caractérisation de la masse volumique des agglomérats	5
1.1.1. Problématique et stratégies expérimentales	5
1.1.2. Méthodologie expérimentale	7
1.1.3. Validation des protocoles expérimentaux	9
1.1.4. Caractérisation d'aérosols nanostructurés de Zn/Al	11
1.1.5. Caractérisation d'aérosols générés par spark discharge	12
1.1.6. Conclusion	15
1.2. De l'importance de la densité dans le traitement des données de l'ELPI	16
1.2.1. Problématique et stratégie expérimentale	16
1.2.2. Méthodologie expérimentale	17
1.2.3. Résultats & Discussion	19
1.2.4. Conclusion	23
1.3. Perspectives liées à la métrologie des nano-aérosols	24
Références	26
FILTRATION DES NANO-AEROSOLS	31
2.1. Généralités sur la filtration des aérosols	32
2.1.1. Perte de charge d'un média fibreux	33
2.1.2. Efficacité de collecte	35
2.2. Optimisation du décolmatage des dépoussiéreurs industriels	37
2.2.1. Décolmatage à l'échelle du média	38
2.2.2. Décolmatage de cartouches plissées	46
2.2.3. Conclusion sur le décolmatage	50
2.3. Optimisation de la capacité de rétention	51
2.3.1. Approche expérimentale	52
2.3.2. Approche théorique	60
2.4. Filtration & SARS-CoV-2 : avancer masqué pour la sécurité globale	65
2.4.1. Masques à usage non sanitaire ou masques barrière	66
2.4.2. Masques chirurgicaux	70
2.5. Perspectives de recherche liées à la filtration	78
Références	82

<i>ALTERNATIVES A LA FILTRATION : trouver sa voie de séparation</i>	91
3.1. Les lits granulaires	91
3.1.1. Lits granulaires multicouches	92
3.1.2. Lits granulaires arrosés	99
3.2. Les colonnes à bulles	104
3.3. Comparatif des méthodes alternatives	108
3.4. Perspectives de recherche	109
Références	110
<i>BILAN & PROJET DE RECHERCHE</i>	113
<i>Annexe A : Curriculum vitae détaillé</i>	115
A.1 Activités pédagogiques	115
A.2 Activités de recherche	116
<i>Annexe B : Production scientifique</i>	121

INTRODUCTION

La pollution de l'air est devenue un sujet de préoccupation majeur en termes de santé publique puisqu'à l'origine de millions de décès chaque année dans le monde d'après l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) et d'environ 50 000 décès prématurés chaque année en France d'après l'agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (ANSES). Pour limiter au maximum cette pollution, la directive 2008/50/EC du parlement européen et du conseil du 21 mai 2008 concernant la qualité de l'air ambiant et un air pur pour l'Europe fixe les valeurs limites d'exposition aux aérosols. Les concentrations en particules inférieures à 10 μm (PM10) et à 2,5 μm (PM2,5) dans l'air sont ainsi régulées par des valeurs limites annuelles, respectivement de 40 et 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Les recommandations de l'Organisation Mondiale de la Santé plus contraignantes en termes de valeur limite d'exposition journalière, sont quant à elles de 20 et 10 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour les PM10 et PM2,5. Ces concentrations restent cependant globales sans prise en compte de la nature chimique des particules à l'origine de toxicité spécifique (Cr, Ni, ...).

Les particules plus fines (PM1 et PM0,1) ne bénéficient actuellement pas de valeur limite spécifique, tant au niveau européen que français, mais font l'objet d'une surveillance de plus en plus accrue dans les zones confinées fortement exposées (stations de métro par exemple) et plus généralement dans les métropoles où le trafic routier et le secteur résidentiel sont les principaux contributeurs aux émissions de particules submicroniques. Des limites d'émissions pour les particules fines apparaissent néanmoins dans les normes euro pour les véhicules neufs mais sans précision entre les PM2,5 ou PM1. Il n'existe pas non plus dans les réglementations françaises et européennes de valeurs limites d'exposition professionnelle (VLEP) spécifiques aux nano-aérosols et plus généralement aux nanomatériaux. Seul le NIOSH (National Institute for Occupational Safety and Health), aux Etats-Unis, a proposé une VLEP de 0,3 mg/m^3 pour le dioxyde de titane ultrafin (contre 2,4 mg/m^3 pour le dioxyde de titane fin, i.e. supérieur à 100 nm) ainsi que des valeurs seuils de 0,9 et 1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour respectivement les nanoparticules d'argent et les nanotubes/nanofibres de carbone. Plus proche de nous, des travaux sont actuellement en cours en France, notamment à l'INRS (Institut National de Recherche et de Sécurité), pour l'élaboration d'une VLEP pour le noir de carbone.

Devant l'absence de normes spécifiques et le manque de recul sur la toxicité des nanomatériaux, le principe de précaution s'applique et il convient de limiter au maximum l'exposition de la population, tant dans leur vie professionnelle que privée, en intérieur qu'en extérieur, aux particules ultrafines manufacturées ou émises par des procédés industriels (soudage, combustion, métallisation, ...).

La limitation des impacts de la pollution particulaire sur la santé humaine passe donc par (i) une réduction des émissions à la source en optimisant les procédés industriels, (ii) une amélioration des procédés séparatifs mis en œuvre pour protéger les personnes, les procédés et l'environnement.

Dans ce contexte, mes activités de recherche, menées au sein de l'équipe SAFE (Sécurité, Aérosols, Filtration, Explosion) du Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (UMR7274) depuis septembre 2009, s'articulent autour de deux grandes thématiques interdépendantes, à savoir la caractérisation des particules nanostructurées et l'optimisation des procédés de séparation gaz/solide. La maîtrise des outils de caractérisation des nano-aérosols et les développements méthodologiques et métrologiques s'avèrent en effet indispensables à la connaissance des comportements particuliers des particules nanostructurées et donc au dimensionnement de techniques séparatives ainsi qu'à la compréhension des mécanismes de collecte des aérosols dans une optique de sécurité des procédés, de l'environnement et des personnes. Une majorité de ces activités scientifiques liées à la filtration des aérosols sont menées :

Introduction

- dans la cadre du Laboratoire de Filtration et d'Adsorption (LFA), laboratoire commun avec l'INRS (Institut National de Recherche et de Sécurité) depuis 2000 ;
- via un Programme Commun de Recherche (PCR) avec l'IRSN (Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire) intitulé Laboratoire Interactions Médias Aérosols (LIMA) depuis 2011.

Le premier volet de mes activités concerne la caractérisation des nano-aérosols généralement constitués par l'agglomération de particules nanométriques. L'utilisation d'appareils de métrologie commerciaux (Scanning Mobility Particle Sizer, Aerodynamic Particle Sizer, Electrical Low Pressure Impactor, Condensation Particle Counter, ...), utiles à la détermination des performances de séparateurs gaz/solide, permet de caractériser de telles structures quasi-fractales par un seul diamètre équivalent, ce qui reste insuffisant pour comprendre certaines interactions telles que l'évolution de la perte de charge lors du colmatage d'un médium filtrant par ces aérosols, leur dépôt dans des conduites ou encore leur interaction avec une surface filtrante. Dans cette optique, l'équipe a été amenée d'une part à mettre en œuvre des équipements plus spécifiques et à les associer pour une meilleure caractérisation des particules nanostructurées ; et d'autre part, à tester la fiabilité de certains appareils commerciaux pour la mesure de ces nano-aérosols. Ces aspects seront développés dans le premier chapitre de ce manuscrit.

Le second volet important de mon travail de recherche est consacré à la séparation gaz/solide. Si la filtration des aérosols par médias filtrants reste un des moyens de traitement les plus usités de par sa relative simplicité de mise en œuvre et son efficacité vis à vis des particules ultrafines, dans le cas des particules nanostructurées, la filtration génère une très forte augmentation de la perte de charge nécessitant le remplacement des systèmes de filtration ou un décolmatage périodique très fréquent qui peut dans certaines situations s'avérer peu efficace. Le second chapitre sera dédié tant à l'optimisation du décolmatage de cartouches filtrantes qu'à l'augmentation de leur capacité de rétention, avec en toile de fond la nécessité d'accroître leur durée de vie et donc de réduire les coûts d'investissement et de fonctionnement des installations. S'y ajoutera un bilan des travaux réalisés sur les équipements de protection individuelle durant la « parenthèse » COVID19. Un troisième chapitre s'intéressera aux activités menées sur le développement de procédés de dépoussiérage alternatifs permettant notamment de pallier le colmatage non réversible des filtres par des particules ultrafines. L'équipe a ainsi été amenée à étudier les performances de colonnes à bulles et de lits granulaires et à en optimiser les performances, en termes d'efficacité, d'encombrement et de régénération.

Chacun des trois chapitres se conclura sur les principales perspectives envisagées sur les thématiques abordées et un résumé de ce projet de recherche ponctuera le manuscrit.

Ce mémoire tente de synthétiser l'état d'avancement de mes travaux de recherche et de montrer la cohérence des contributions scientifiques. S'il ne décrit pas de manière chronologique, ni exhaustive l'ensemble des études menées, le parti pris lors de la rédaction de ce mémoire a été de détailler et de développer chaque problématique pour en faire un document de travail et une photographie de mes activités de recherche à un instant donné de ma carrière d'enseignant-chercheur. La recherche ne se conçoit pas, à mes yeux, sans échanges, discussions, contradictions au quotidien. Ce manuscrit est ainsi le fruit d'un travail collaboratif auquel j'associe stagiaires, doctorants, techniciens, ingénieurs et bien évidemment les deux enseignants chercheurs avec qui je collabore sur la majorité des études : Nathalie BARDIN-MONNIER (Maître de Conférences) pour les volets simulation numérique et modélisation et Dominique THOMAS (Professeur des universités et parrain scientifique) pour les volets expérimentation et modélisation. La complémentarité de nos profils permet une très bonne dynamique et ambiance de travail, condition sine qua non tant à la réalisation de nos activités qu'à l'épanouissement professionnel.

CARACTERISATION DES NANO-AEROSOLS

Les nano-aérosols sont bien souvent constitués d'agglomérats de particules nanométriques ce qui a tendance à accroître de façon significative leur propriété colmatante. La caractérisation de ces particules est donc essentielle à la compréhension des phénomènes de collecte des particules et à l'étude du colmatage lors d'opération unitaires de séparation. L'objectif du travail de caractérisation des nano-aérosols est d'augmenter la connaissance générale par la mise en œuvre d'une méthodologie basée sur l'association de divers appareils commerciaux de métrologie. Dans cette optique, la mesure en série de la masse et du diamètre équivalent des agglomérats permet ainsi de déduire, entre autres, des caractéristiques en termes de morphologie, de dimension fractale et de masse volumique effective. Cette dernière propriété des particules nanostructurées, définie comme le ratio entre la masse de l'agglomérat et son volume équivalent en mobilité électrique, est notamment prépondérante dans l'obtention d'une distribution granulométrique fiable à l'aide d'appareils de métrologie commerciaux tels que l'Electrical Low Pressure Impactor (ELPI).

1.1. Contribution à la caractérisation de la masse volumique des agglomérats

1.1.1. Problématique et stratégies expérimentales

Les effets toxicologiques liés à l'inhalation de particules nanostructurées demeurant difficiles à corréliser à leurs propriétés physico-chimiques, il est nécessaire de développer des méthodes de caractérisation robustes pour la détermination de ces paramètres clés, non mesurables par des méthodes directes. En effet, caractériser de telles structures quasi-fractales par un seul diamètre équivalent reste insuffisant. Parmi les propriétés requises, la masse volumique effective joue un rôle important notamment dans les phénomènes de dépôts dans les voies respiratoires humaines (ICRP, 1994). De plus, sa détermination est nécessaire à la conversion de distributions granulométriques en nombre en distributions granulométriques en masse (Mc Murry et al., 2002) ce qui est particulièrement important du fait des valeurs limites d'exposition professionnelle majoritairement exprimées en termes de concentration massique, hormis pour les fibres.

Une des méthodes pour la détermination de la masse volumique effective consiste à mesurer simultanément les diamètres de mobilité électrique¹ et aérodynamique des particules. Cette approche consiste à sélectionner les particules selon leur mobilité électrique grâce à un Differential Mobility Analyzer (DMA) puis à les classer selon leur diamètre aérodynamique grâce à un Electrical Low Pressure Impactor (ELPI) (e.g. Schmid et al., 2007 ; Skillas et al., 1999 ; Van Gulijk et al., 2004 ; Virtanen et al., 2004). Cependant, cette méthode présente certaines limitations telles que la faible résolution de l'impacteur en cascade en termes de taille de particules et la possibilité pour des particules de même diamètre de se déposer sur plusieurs étages d'impaction (Dong et al., 2004).

¹ Le diamètre de mobilité électrique d'une particule, noté d_{me} , est le diamètre de la sphère qui possède une seule charge électrique élémentaire à sa surface et la même vitesse de déplacement dans un champ électrique constant que la particule considérée (DeCarlo et al., 2004). Cette vitesse de déplacement, caractérisée par la mobilité électrique Z qui s'exprime en $m^2/(V.s)$, est définie par :

$$Z = \frac{|N| e Cc(d_{me})}{3 \pi \mu_g d_{me}}$$

avec N le nombre de charges élémentaires portées par la particule, e la charge élémentaire ($=1,6.10^{-19}$ C), Cc le coefficient de Cunningham, μ_g la viscosité dynamique du gaz (Pa.s) et d_{me} le diamètre de mobilité électrique de la particule (m).

La prise en compte de cette dernière limitation nécessite d'effectuer de complexes calculs d'inversions de données (Bau and Witschger, 2013). Par ailleurs, la détermination de la distribution granulométrique via un ELPI nécessite de convertir le courant en concentration en faisant appel à une loi de charge dépendante de la densité.

Une autre approche pour la détermination des caractéristiques d'agglomérats consiste à mesurer la masse de particules de diamètre connu par association d'un Differential Mobility Analyzer (DMA) et d'un Aerosol Particle Mass (APM, Ehara et al. 1996) analyser (Mc Murry et al., 2002 ; Park et al., 2004 ; Ku et al. 2006 ; Shin et al., 2009 ; Ku and Kulkarni, 2012 ; Charvet et al., 2014) ou d'un Centrifugal Particle Mass Analyzer (CPMA) (Olfert et al., 2007 ; Johnson et al., 2014 ; Quiros et al., 2015 ; Graves et al., 2017 ; Olfert et al., 2017). Ces mesures permettent d'estimer des paramètres moyens tels que la densité effective (Park et al., 2004 ; Olfert et al., 2007 ; Schmid et al., 2007 ; Olfert et al., 2017) ou le facteur de forme (Scheckman et al., 2009 ; Shin et al., 2009 ; Beranek et al., 2012) et non des distributions de propriétés (Sipkens et al., 2020) dans le cas par exemple d'un aérosol constitué de particules de densité différente ou présentant une distribution granulométrique multimodale.

Bien que plus chronophage que la précédente, cette méthode ne nécessite pas d'hypothèse particulière et est plus facile à mettre en œuvre expérimentalement. Elle ne nécessite notamment pas d'ajout d'air, et donc d'une dilution, après le DMA pour atteindre le débit d'échantillonnage de l'ELPI. Ce dispositif a été mis en œuvre aussi bien pour caractériser des agglomérats de suies (Shapiro et al. 2012 ; Khalizov et al. 2012 ; Ghazi et al. 2013 ; Rissler et al. 2013) que des nanotubes de carbone (Kim SH et al. 2009).

Durant nos travaux, le couplage DMA-APM a été mis en œuvre pour caractériser des agglomérats issus de fumées de métallisation d'une part et produits par un générateur à étincelles (spark discharge generator, Palas GFG 1000®) d'autre part. Ce type de générateur par ablation de métal solide sous gaz inerte a été introduit par Schwyn et al. (1988) et consiste en une évaporation d'un matériau (métal ou graphite) par exposition à des arcs électriques puis en une condensation des vapeurs pour former des nanoparticules qui pourront ensuite s'agglomérer durant leur transport. De par sa simplicité et sa robustesse (en termes de stabilité temporelle et de reproductibilité), ce générateur est extrêmement employé aussi bien dans des études liées à la métrologie et la caractérisation physico-chimique (Helsper et al. 1993 ; Evans et al. 2003a,b ; Horvath and Gangl 2003 ; Kim and Chang 2005 ; Byeon et al. 2008 ; Tabrizi et al. 2009a,b ; Bau et al. 2010 ; Tabrizi et al. 2010 ; Boddu et al. 2011), qu'à la toxicologie (Brown et al. 2000 ; Kreyling et al. 2002 ; Roth et al. 2004 ; Bitterle et al. 2006 ; Szymczak et al. 2006 ; Kreyling et al. 2009).

Le protocole mis en place permettra également d'avoir accès à d'autres propriétés morphologiques que la seule masse volumique effective. En effet, il est légitime de penser que la structure du dépôt conditionne la perte de charge et, par voie de conséquence, que la dépense énergétique sera elle-même conditionnée par la structure des agglomérats de nanoparticules se déposant sur un filtre. Une meilleure connaissance des caractéristiques de l'aérosol (morphologie, dimension fractale, etc.) s'avère donc indispensable pour l'établissement de modèles de colmatage (Endo et al., 1998). Cette association d'appareils de métrologie permet de déterminer ces caractéristiques mais également de remonter au diamètre des particules primaires constituant les agglomérats. La détermination de ce dernier paramètre, très important dans l'estimation de la perte de charge de dépôts de nanoparticules (Kim S.C. et al., 2009), permet de s'affranchir d'une chronophage et fastidieuse étape d'analyse d'images acquises par microscopie électronique à transmission.

1.1.2. Méthodologie expérimentale

Un banc d'essais spécifique a été développé pour caractériser les particules ultrafines (cf. Figure 1.1). Il permet de générer des nanoparticules sphériques de DEHS nébulisées par un générateur PALAS PLG 200 HC® et des agglomérats de graphite ou d'oxydes métalliques produits par le générateur PALAS GFG 1000®.

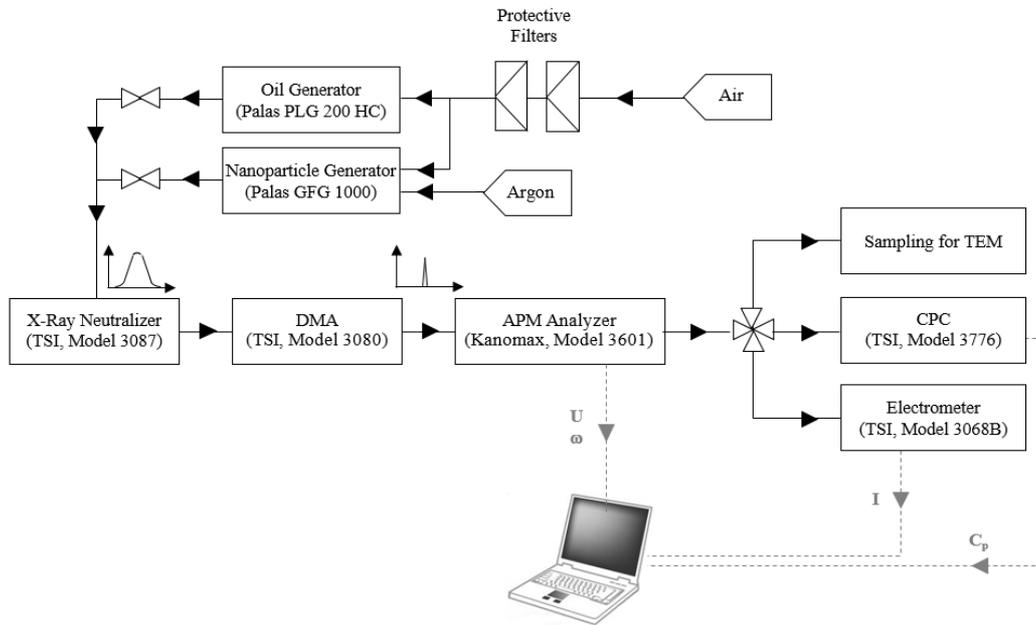


Figure 1.1 : Schéma du banc expérimental (Charvet et al., 2014)

Avant caractérisation, la charge des particules est portée à l'équilibre de Boltzmann par passage dans une source de neutralisation par rayons X (Model 3087, TSI®). L'aérosol entre ensuite dans le DMA où les particules sont diluées dix fois (ratio sheath flow / aerosol flow) avant d'être sélectionnées selon leur diamètre de mobilité électrique. Ces particules pénètrent alors dans l'espace annulaire de l'APM (Model 3601, Kanomax®) formé entre deux électrodes cylindriques coaxiales en rotation à une vitesse angulaire contrôlée (Figure 1.2). La vitesse de rotation de l'APM est augmentée graduellement (sans application de tension entre les électrodes) jusqu'à obtention d'une concentration, mesurée par un compteur de particules par condensation (CPC Model 3776, TSI®), nulle à la sortie de l'APM.

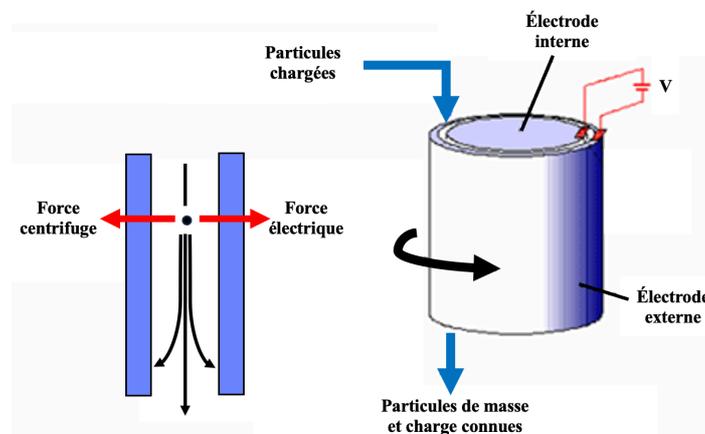


Figure 1.2 : Principe de fonctionnement de l'APM

La tension optimale, correspondant à la médiane de la loi normale ajustant les données expérimentales, va ainsi permettre de remonter à la masse des agglomérats la plus présente parmi les particules préalablement sélectionnées selon leur diamètre équivalent en mobilité électrique. Lorsque la force centrifuge prime sur la force électrostatique ($U < U_{opt}$), les particules sont collectées sur l'électrode externe de l'APM ; dans le cas contraire ($U > U_{opt}$), elles le sont sur l'électrode interne (Ehara et al., 1996). Ainsi seules les particules pour lesquelles les deux forces se compensent, quittent l'APM. L'aérosol consiste alors en des particules chargées de diamètre de mobilité électrique et de masse fixes. Ces particules sont alors envoyées, non seulement vers un CPC, mais vers un électromètre (Model 3068B, TSI®) pour déterminer la charge totale de l'aérosol et vers une grille d'échantillonnage pour effectuer des observations microscopiques.

Les mesures en parallèle avec un CNC et un électromètre sur les agglomérats en sortie de l'APM permettent de remonter au nombre moyen de charges électriques portées par chacune des particules :

$$n = \frac{I_{tot}}{C_p \cdot e \cdot Q} \quad (1.1)$$

où n est le nombre de charge électrique par particule, I_{tot} l'intensité électrique globale de l'aérosol, C_p la concentration en nombre des particules à la sortie de l'APM, e la charge élémentaire et Q le débit volumique de l'électromètre (égal au débit volumique traversant l'APM, i.e. 0,3 ou 1,5 L/min).

Cette donnée permet de déterminer la masse des agglomérats sélectionnés au sein de l'APM sous l'hypothèse d'équilibre entre les forces centrifuge et électrostatique auxquelles sont soumises les particules :

$$m_a \cdot \omega^2 \cdot r = n \cdot e \cdot E = \frac{n \cdot e \cdot V}{r \cdot \ln\left(\frac{r_1}{r_2}\right)} \quad (1.2)$$

où m_a est la masse de l'agrégat, ω la vitesse angulaire, r la distance radiale entre le centre de l'espace annulaire et l'axe de rotation, E le champ électrique, V la tension de travail et r_1 et r_2 les rayons des cylindres extérieur et intérieur de l'APM, respectivement de 25 mm et 24 mm.

Ainsi, connaissant la masse de l'agglomérat et le diamètre équivalent en mobilité électrique sélectionné dans le DMA, la masse volumique effective des particules (ρ_{eff}) peut être déterminée (Pagels et al., 2009) :

$$\rho_{eff} = \frac{6 \cdot m_a}{\pi \cdot d_{me}^3} \quad (1.3)$$

Cette association d'appareils permet de déterminer par le calcul, non seulement la masse volumique effective de l'agglomérat, mais également sa pseudo dimension fractale (Shin et al., 2010 ; Shapiro et al., 2012) et le nombre de particules primaires composant l'agglomérat :

$$\rho_{eff} = \frac{6 \cdot k_{fm}}{\pi \cdot d_{pp}^{D_{fm}}} \cdot d_{me}^{D_{fm}-3} \quad (1.4)$$

$$N_{pp} = \frac{6 \cdot m_a}{\pi \cdot \rho_p \cdot d_{pp}^3} \quad (1.5)$$

où D_{fm} est l'exposant masse mobilité de l'agglomérat², k_{fm} un préfacteur fractal, d_{pp} le diamètre des particules primaires composant l'agglomérat, d_{me} le diamètre équivalent en mobilité électrique de l'agrégat, N_{pp} le nombre de particules primaires composant l'agglomérat, m_a sa masse et ρ_p la masse volumique du matériau.

Comme suggéré par l'équation 1.4, la masse volumique effective est une fonction décroissante avec la taille des particules. Par ailleurs, bien que moins précise qu'une analyse au microscope électronique à transmission, cette approche permet d'estimer le diamètre des particules primaires constitutives des agglomérats. En effet, comme les particules primaires sont censées posséder la même densité que celle du matériau, leur diamètre peut être déduit de l'équation 1.4 en égalant la densité effective et celle du matériau.

1.1.3. Validation des protocoles expérimentaux

Le protocole expérimental a été appliqué à des particules sphériques (DEHS), pour validation (cf. Figure 1.3). L'expérience montre l'apparition de quatre pics de concentration en sortie d'APM en fonction de la tension appliquée. Ces différents pics, ajustés par des lois normales, sont attribués aux états de charge des particules sélectionnées dans le DMA. En effet après passage dans la source de neutralisation, si l'aérosol est globalement électriquement neutre, il est constitué d'un mélange de particules neutres et chargées : mono-chargées ($n = 1$), bi-chargées ($n = 2$), tri-chargées ($n = 3$), etc. Le DMA sélectionnant les particules en fonction de leur mobilité électrique, les particules qui vont quitter l'appareil seront majoritairement mono-chargées et de diamètre 150 nm, mais des particules multichargées de même mobilité électrique et de diamètre supérieur seront également présentes dans cet aérosol. La proportion de particules multi-chargées dépend essentiellement de la taille des particules sélectionnées et de la distribution granulométrique de l'aérosol en entrée du DMA.

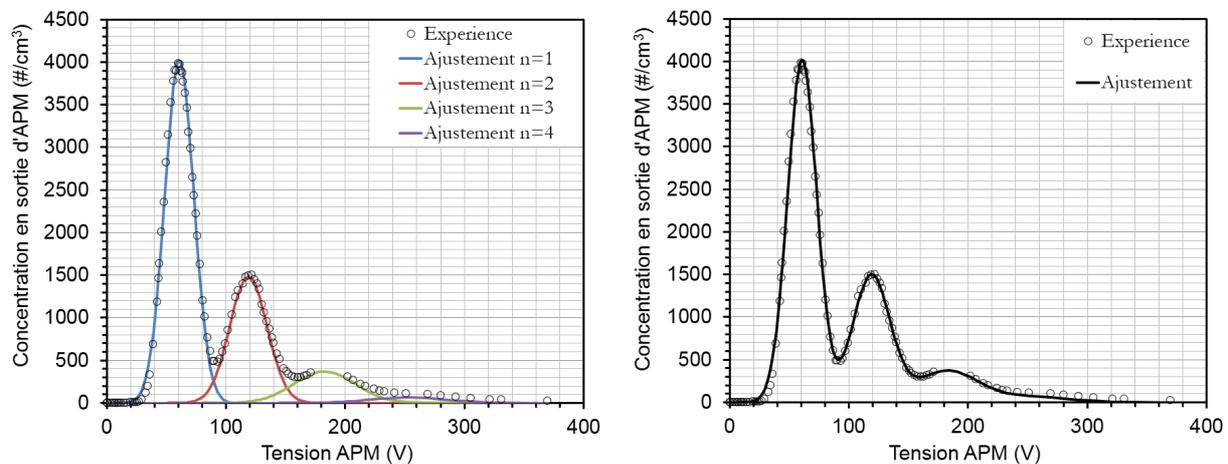


Figure 1.3 : Suivi de la concentration en nombre de particules de DEHS de diamètre équivalent en mobilité électrique de 150 nm en fonction de la tension appliquée dans l'APM et pour une vitesse de rotation de l'APM de 4690 tours/minute (Charvet et al., 2014)

² La dimension fractale qualifie la loi puissance de proportionnalité entre la masse d'un agglomérat et son diamètre de giration. L'association DMA-APM donne accès à un diamètre équivalent en mobilité électrique et non à un diamètre de giration, le terme « exposant masse-mobilité » est donc ici plus approprié que « dimension fractale ».

Pour confirmer cette hypothèse, tensions optimales théoriques et expérimentales ont été confrontées. Ces dernières sont obtenues par détermination des modes des lois normales ajustées sur les résultats. Pour l’approche théorique, la mobilité et la masse d’une particule de DEHS sphérique et mono-chargée sont calculées et pour la vitesse de rotation considérée, la tension optimale appliquée à l’APM est déterminée à partir de l’équation 1.2 issue de l’équilibre des forces centrifuge et électrostatique. Par la suite, le diamètre d’une particule bichargée de même mobilité électrique que la particule monochargée est calculé et la tension optimale théorique déterminée. Cette même démarche est également appliquée aux particules portant trois et quatre charges élémentaires. L’analyse des résultats montre un très bon accord entre les séries de données expérimentales et théoriques (cf. Tableau 1.1) qui permet de confirmer la présence de particules multichargées.

Tableau 1.1 : Comparaison des tensions optimales expérimentales et théoriques de l’APM

	Nombre de charges par particule			
	n = 1	n = 2	n = 3	n = 4
Tension optimale expérimentale (V)	60,9	118,9	183,8	257,8
Tension optimale théorique (V)	59,6	115,0	180,0	255,9

Ces résultats, ainsi que ceux obtenus pour d’autres diamètres de mobilité électrique, ont permis de déterminer la masse volumique effective (qui correspond pour une particule sphérique non poreuse à la masse volumique réelle) de ces particules et de la comparer à la masse volumique théorique du DEHS ; i.e. 0,914 g/cm³ (cf. Figure 1.4, gauche).

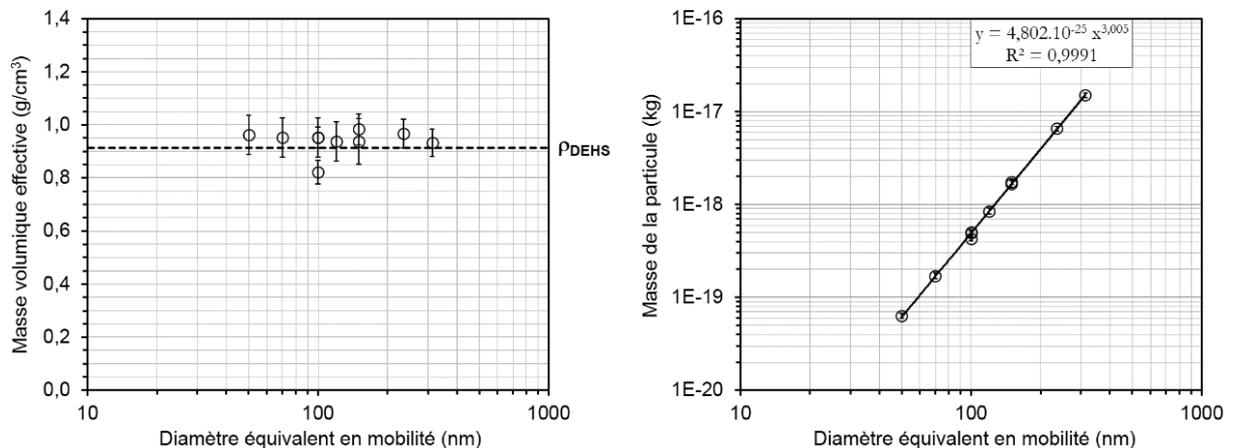


Figure 1.4 : Représentations de la masse volumique effective (à gauche) et de la masse (à droite) des particules de DEHS selon leur diamètre équivalent en mobilité électrique

Ces essais mettent en évidence une très bonne adéquation entre la masse volumique déterminée expérimentalement et la masse volumique théorique du DEHS ce qui valide la sphéricité des particules et par conséquent l’égalité entre le diamètre équivalent en mobilité électrique et le diamètre équivalent en volume. Cette égalité est également mise en évidence par le tracé de la masse de la particule en fonction de son diamètre (cf. Figure 1.4, droite). L’analyse de la puissance aboutit en effet à une masse volumique 0,917 g/cm³, soit très proche de la théorie. Ces expériences sur des particules sphériques de DEHS permettent ainsi de valider le protocole expérimental de détermination de la masse volumique effective.

De plus, pour certains diamètres de mobilité électrique, les essais ont été réalisés à différentes vitesses de rotation de l'APM. Il en ressort qu'une augmentation de la vitesse de rotation permet de mieux séparer les différents pics liés à la présence de particules multichargées, mais que de fortes vitesses angulaires induisent des pertes importantes dans l'APM (attribuées par Olfert et Collings (2005) à de l'impaction inertielle sur les parois) et donc rendent plus difficile la mesure de la concentration en sortie de cet appareil. Néanmoins, la vitesse de rotation ne semble pas avoir d'influence sur la détermination de la masse volumique effective puisque nos résultats restent très proches quels que soient les couples vitesse angulaire / tension optimale. Ainsi un compromis entre la séparation des pics et la limite de détection doit être trouvé selon la distribution granulométrique, la concentration ou encore la densité du matériau des nanoparticules à caractériser.

1.1.4. Caractérisation d'aérosols nanostructurés de Zn/Al

Le protocole de détermination de la masse volumique effective par association DMA-APM a pu être appliqué à des agglomérats de Zn/Al issus de fumées de métallisation. Ces particules nanostructurées, de morphologie fractale avérée (Bémer et al., 2010), sont composées de particules primaires sphériques.

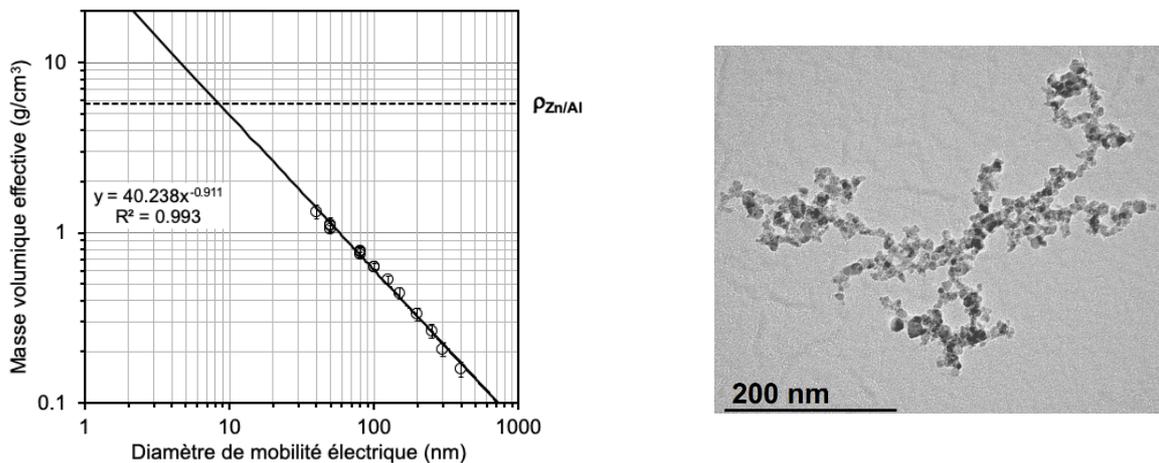


Figure 1.5 : Représentation de la masse volumique effective d'agglomérats de Zn/Al en fonction de leur diamètre équivalent en mobilité électrique (gauche) ; Agglomérats de diamètre de mobilité électrique égal à 125 nm issus de fumées de métallisation observés au MET (droite)

La Figure 1.5 met en évidence une masse volumique effective très inférieure à la masse volumique du matériau ($5,72 \text{ g/cm}^3$ pour l'alliage Zn/Al composé de 85 % de zinc et de 15 % d'aluminium). A partir de ces données, il est possible d'obtenir non seulement la relation liant la masse volumique effective au diamètre des particules mais également de remonter au diamètre des particules primaires composant les agrégats, paramètre important dans le développement de certains modèles d'estimation de la perte de charge de gâteau de particules (Thomas et al, 2011). En effet, pour les particules primaires considérées comme sphériques et non poreuses, la masse volumique effective égalera la masse volumique du matériau. Ainsi, les diamètres des particules primaires des agrégats de Zn/Al issus de fumées de métallisation seraient de 9,6 nm. Le traitement d'images d'agrégats de Zn/Al (cf. Figure 1.5) obtenues au microscope électronique à transmission (MET) a permis de déterminer le diamètre des particules primaires constituant les agrégats. Ces analyses, menées sur environ 100 particules primaires, ont révélé un diamètre géométrique en volume de 9,1 nm, avec un écart-type géométrique de 1,2 nm, soit très proche de la valeur obtenue via l'association DMA-APM.

Par ailleurs, la structure relativement « ouverte » des agrégats visualisés est cohérente avec la valeur de dimension fractale voisine de 2, déterminée grâce aux équations 1.4 et 1.7 ; et avec les résultats répertoriés par Sorensen (2011) dans sa revue bibliographique sur les agrégats fractals.

L'obtention de la masse volumique effective selon la taille des agglomérats considérés permet également de convertir les diamètres équivalents en mobilité électrique, généralement fournis par les appareils de mesure des nanoparticules, en diamètres équivalents en volume, indispensables à l'estimation de la perte de charge d'un gâteau de particule.

Le diamètre équivalent en volume est défini comme suit :

$$d_v = \left(\frac{6 \cdot m_a}{\pi \cdot \rho_p} \right)^{1/3} = d_{me} \cdot \left(\frac{\rho_{eff}}{\rho_p} \right)^{1/3} \quad (1.6)$$

où d_v est le diamètre équivalent en volume de l'agrégat, m_a sa masse, d_{me} son diamètre équivalent en mobilité électrique, ρ_p la masse volumique du matériau et ρ_{eff} la masse volumique effective des agrégats.

$$\rho_{eff} = 40,238 \cdot d_{me}^{-0,911} \quad (\text{pour les agglomérats de Zn/Al}) \quad (1.7)$$

La conversion des diamètres équivalents en mobilité électrique vers les diamètres équivalents en volume engendre un décalage important de la distribution granulométrique en nombre vers les tailles de particules les plus fines. Ainsi, la surface spécifique des particules (a_g), paramètre qui intervient généralement au carré dans l'estimation de la perte de charge, sera nettement moins importante si elle est déterminée à partir du diamètre équivalent en mobilité électrique. De ce fait, l'estimation de la perte de charge peut s'avérer fortement sous-estimée si le diamètre médian équivalent en mobilité électrique est utilisé dans les modèles en lieu et place du diamètre médian équivalent en volume. La détermination de la masse volumique effective est donc prépondérante puisque sans cette donnée, il n'est pas possible de convertir les diamètres équivalents en mobilité électrique en diamètres équivalents en volume.

1.1.5. Caractérisation d'aérosols générés par spark discharge

Le protocole précédent a également été appliqué à différents aérosols produits par un générateur à décharge d'étincelles (spark discharge generator GFG 1000 Palas®) dont les distributions granulométriques sont représentées en Figure 1.6.

Tabrizi et al. (2009a) ont mis en évidence que la pression d'argon et la fréquence des étincelles n'avaient pas d'influence significative sur la taille des particules primaires. Cependant, durant toutes les expériences, la pression d'argon dans le générateur a été maintenue à 1 bar (correspondant à un débit volumique d'argon d'environ 4 L/min). Quant à la fréquence d'étincelles, elle a été ajustée entre 600 et 900 unités arbitraires, selon le type de particules, de façon à obtenir une concentration en particules suffisantes à la sortie de l'APM et ce quel que soit le diamètre de mobilité électrique sélectionné. Le débit volumique à travers l'association d'appareils a été fixé à 0,3 L/min de façon à augmenter le temps de séjour des particules dans l'APM et ainsi réduire la vitesse angulaire. Par conséquent, le signal de l'électromètre s'est avéré trop faible pour être exploitable. Ainsi, dans le calcul de la masse volumique effective, le nombre de charges électriques par particule a été fixé à l'unité, plutôt que mesuré. Cette approximation se justifie par l'observation d'une distribution monomodale des concentrations en fonction de la tension de l'APM. Les particules quittant l'APM peuvent ainsi être considérées comme mono-chargées.

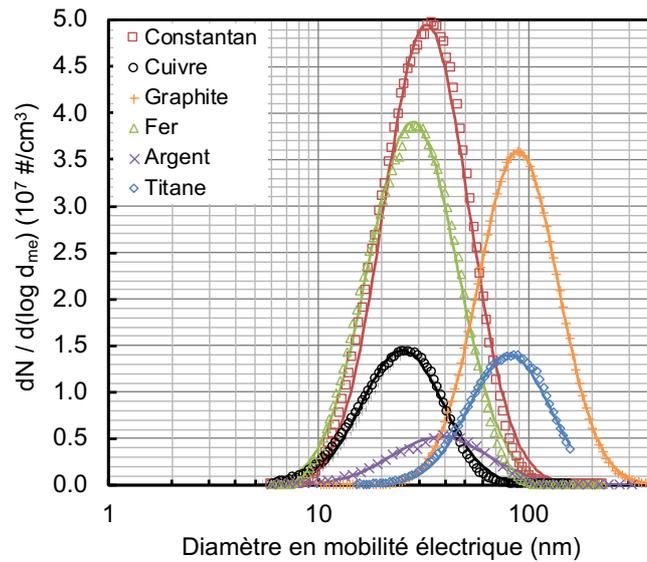


Figure 1.6 : Distributions granulométriques des aérosols nanostructurés générés

Les résultats expérimentaux de tous les aérosols analysés sont présentés en Figure 1.7. Les relations entre la densité effective et le diamètre de mobilité électrique sont issues de la méthode des moindres carrés (cf. Tableau 1.2). Il est intéressant d'observer, que pour tous ces aérosols produits à partir de matériaux différents, les exposants masse mobilité sont quasiment similaires et proche de 2,2. Ces valeurs sont en accord avec les résultats présentés par Sorensen (2011) dans une revue bibliographique en régime d'écoulement glissant (i.e pour un nombre de Knudsen compris entre 0,1 et 10).

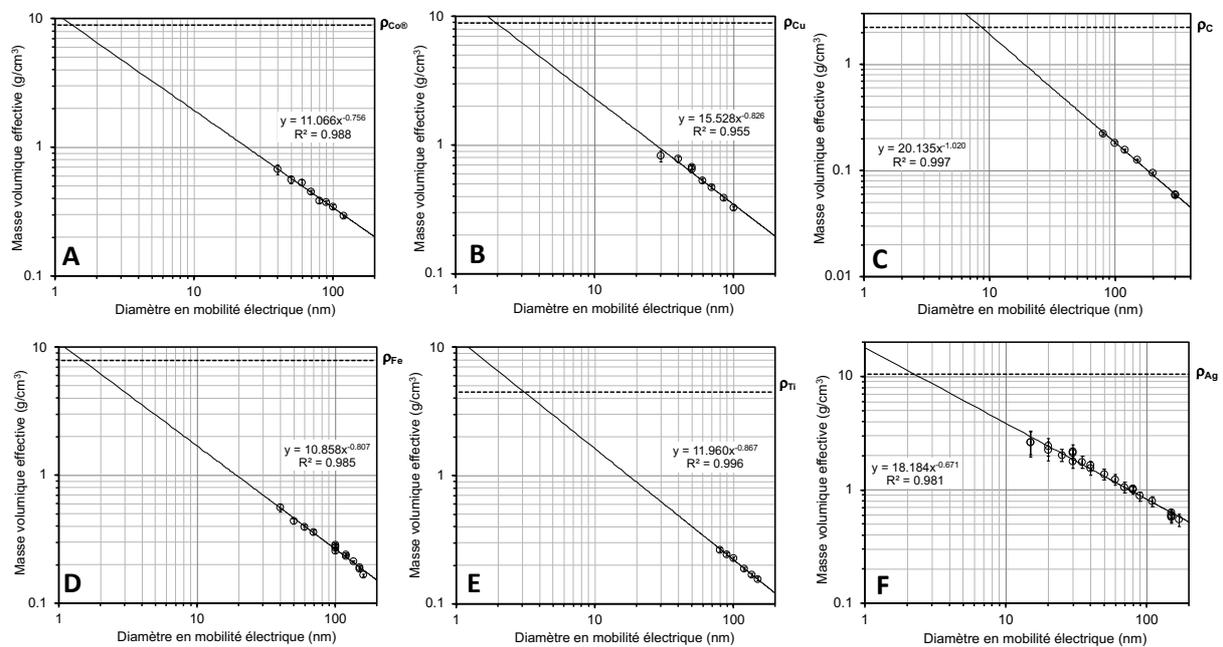


Figure 1.7 : Masse volumique effective en fonction du diamètre équivalent en mobilité électrique ; (A) agglomérats de constantan® ; (B) agglomérats de cuivre ; (C) agglomérats de graphite ; (D) agglomérats de fer ; (E) agglomérats de titane ; (F) agglomérats d'argent

Tableau 1.2 : Comparaison des masses volumiques effectives et des matériaux

	Masse volumique effective des agglomérats (g/cm ³)	Masse volumique du matériau (g/cm ³)	Exposant Masse-mobilité
Constantan®*	$\rho_{eff, Co} = 11.066 \cdot d_{me}^{-0.756}$	8.91	2.244
Cuivre	$\rho_{eff, Cu} = 15.528 \cdot d_{me}^{-0.826}$	8.92	2.174
Graphite	$\rho_{eff, C} = 20.135 \cdot d_{me}^{-1.020}$	2.25	1.980
Fer	$\rho_{eff, Fe} = 10.858 \cdot d_{me}^{-0.807}$	7.87	2.193
Titane	$\rho_{eff, Ti} = 11.960 \cdot d_{me}^{-0.867}$	4.51	2.133
Argent	$\rho_{eff, Ag} = 18.184 \cdot d_{me}^{-0.671}$	10.50	2.329

* le constantan® est un alliage généralement constitué de 55% de cuivre et 45% de nickel

Il est également possible de déterminer le diamètre des particules primaires constitutives des agglomérats, paramètre est extrêmement important lors du développement de modèles prédictifs de la perte de charge durant la formation d'un gâteau à la surface d'un filtre. Les particules primaires étant considérées comme sphériques et non poreuses, leur diamètre correspond à la valeur pour laquelle la densité effective égale la densité du matériau.

Cependant, si les particules sont générées par décharge sous inerte (argon) pour éviter tout risque d'inflammation, elles sont ensuite transportées sous air ce qui conduit à leur oxydation partielle ou totale. Ainsi, la gamme de diamètre mentionnée dans le Tableau 1.3 correspond à la différence entre les diamètres des particules primaires déterminés à partir des densités du matériau et de son oxyde. Par exemple, en considérant la masse volumique du cuivre élémentaire (8.92 g/cm³) ou de l'oxyde de cuivre (Cu₂O; 6 g/cm³), le diamètre des particules primaires varie respectivement entre 2,0 et 3,2 nm.

Tableau 1.3 : Diamètre des particules primaires des agglomérats générés par le GFG 1000 Palas®

Matériau	Constantan®	Cuivre	Graphite	Fer	Argent	Titane
Diamètre des particules primaires (nm)	1,3	2,0-3,2	8,6	1,5-2,5	2,3-4,0	2,8-3,3

Des expériences additionnelles montrent que des agglomérats générés sous azote sont systématiquement plus massifs (approximativement 6 à 10%) que des agglomérats de même diamètre équivalent en mobilité électrique générés sous air. Ces résultats suggèrent qu'une oxydation peut avoir lieu « en vol » avec pour conséquence une densité des particules primaires inférieure à celle du matériau.

Même si l'extrapolation à de tels diamètres est à l'origine d'incertitudes significatives, nos résultats expérimentaux sont en bon accord avec ceux de la littérature. Ainsi, Wentzel et al. (2003) obtiennent un diamètre moyen de 7 nm pour des monomères de graphite. Par ailleurs, des clichés de microscopie électronique à transmission obtenus par Byeon et al. (2008) confirment que des agglomérats d'argent générés par décharge d'étincelles sont constitués de particules primaires de diamètre moyen proche de 2 nm et observent également des monomères entre 2 et 4 nm pour des agglomérats de palladium, de platine et d'or.

Également par microscopie électronique à transmission, Seipenbusch et al. (2003) obtiennent des diamètres de monomères de 2,6 et 2,8 respectivement pour des agglomérats de nickel et de palladium ; Tabrizi et al. (2009) des valeurs entre 4 et 5 nm pour des agglomérats d'or, de cuivre, de magnésium, de palladium et de tungstène ; alors que Schwyn et al. (1988) and Helsper et al. (1993) mesurent des particules primaires de diamètre moyen proche de 1,3 et 5 nm, respectivement pour l'or et le carbone. Si les matériaux étudiés sont pour partie différents, l'ordre de grandeur est similaire aux diamètres des particules primaires obtenus par l'association DMA-APM. Pour confirmer nos résultats, des observations par microscopie électronique à transmission haute résolution ont été réalisées sur des agglomérats de cuivre. L'analyse de 35 particules primaires a permis d'obtenir un diamètre moyen de 3 nm (avec un écart-type de 0,5), cohérent avec la valeur issue de la caractérisation par le couplage DMA-APM.

1.1.6. Conclusion

Les couplages de différents appareils de métrologie ont permis de caractériser les propriétés structurales de particules nanostructurées issues des procédés de projection thermique des métaux, aérosols considérés comme représentatif des particules ultrafines émises par de nombreux procédés industriels ; mais également des agglomérats issus d'un générateur commercial très répandu dans les laboratoires des équipes de recherche traitant de la problématique aérosol.

Même s'il est nécessaire de trouver le bon compromis entre la vitesse rotationnelle de l'APM et le débit d'aérosol piloté par le CPC, l'association DMA-APM présente l'avantage, comparativement au tandem DMA-ELPI, de fournir des résultats fiables sans avoir recours à de complexes étapes de correction de données. Les différentes caractéristiques des agrégats (nombre et diamètre des particules primaires composant l'agrégat, masse volumique effective, diamètre équivalent en volume de l'agrégat, dimension fractale ...) peuvent ainsi être intégrées aux modèles d'estimation de la perte de charge de gâteau de particules. Par ailleurs cette méthode peut permettre de remonter au diamètre des particules primaires en s'affranchissant d'une chronophage et fastidieuse étape d'analyse d'images obtenues par microscopie électronique à balayage.

1.2. De l'importance de la densité dans le traitement des données de l'ELPI

1.2.1. Problématique et stratégie expérimentale

La distribution granulométrique en nombre est un paramètre clé de l'évaluation de l'exposition professionnelle et de caractérisation des émissions atmosphériques ou anthropiques. Divers équipements (Aerodynamic Particle Sizer, Scanning Mobility Particle Sizer, Fast Mobility Particle Sizer) sont classiquement mis en œuvre en intérieur comme en extérieur pour mesurer la distribution de taille d'un aérosol. Parmi ces appareils de métrologie, l'impacteur basse pression à détection électrique (ELPI), développé par Keskinen et al. (1992), peut mesurer des concentrations en nombre en temps réel et sur une large gamme de diamètres (de 30 nm à 10 µm). Par ailleurs, comme les particules sont collectées sur des plateaux d'impaction, des analyses physico-chimiques de l'aérosol peuvent être réalisées a posteriori. Cependant l'ELPI possède une faible résolution en taille (seulement une douzaine de canaux) et, comme tout impacteur en cascade, des particules de même taille peuvent se déposer sur des plateaux différents (Dong et al., 2004) et des pertes (Virtanen et al., 2001) et/ou des rebonds (Kuuluvainen et al., 2013) peuvent se produire.

Dans un ELPI, les particules sont dans un premier temps plus ou moins chargées, selon leur diamètre équivalent en mobilité électrique, puis séparées par inertie en fonction de leur diamètre aérodynamique. Chaque particule chargée électriquement se déposant sur un plateau d'impaction sera donc à l'origine de la génération d'un courant électrique. La mesure de l'intensité sur chacun des plateaux permettra ainsi, grâce à une loi de charge, de remonter à la distribution granulométrique des particules. Cependant, l'emploi de deux diamètres équivalents dans le traitement des données implique la connaissance de la densité pour convertir l'un en l'autre. Par ailleurs, le calcul de la concentration en masse à partir de la concentration en nombre nécessite également l'emploi de la notion de densité. Si, pour des particules sphériques et non poreuses, la masse volumique du matériau peut être utilisée, dans le cas d'agglomérats, définir la densité est plus complexe car elle dépend non seulement de la nature du matériau mais aussi de la morphologie de la particule.

Dans la majorité des études d'inter-comparaisons menées de façon à confronter les données produites par l'ELPI avec celles issues d'autres instruments basés sur des principes de mesure différents (Pagels et al., 2005; Nabi et al., 2012), les auteurs ne précisent pas la valeur de la masse volumique implémentée dans le logiciel de traitement des données de l'ELPI ou ajustent cette grandeur pour obtenir un recoupement entre les distributions de taille mesurées par les divers instruments (Price et al., 2014). D'autres études préconisent d'utiliser une valeur arbitraire de la masse volumique. Ainsi Arffman et al. (2014) conseillent l'emploi de la masse volumique standard (1 g/cm³) lorsque l'aérosol n'est pas parfaitement caractérisé. Held et al. (2008) considèrent une masse volumique de 1,5 g/cm³ lors de la caractérisation d'aérosols atmosphériques. Aucun consensus ne semble donc apparaître, quant au choix de la densité à implémenter dans le logiciel de l'ELPI. Par ailleurs un certain nombre d'études se sont intéressés à la conversion de la distribution granulométrique en nombre de l'ELPI en une distribution en masse (Liang et al., 2013). Il en ressort que certains auteurs préconisent l'utilisation d'une densité constante (Shi et al., 1999; Ushakov et al., 2013) alors que d'autres (Andrews et al., 2001) recommandent l'emploi de la densité effective, variable avec la taille des particules, pour limiter les incertitudes. Ces études ne s'intéressent cependant qu'à la conversion de distributions granulométriques (nombre vers masse) et non à la conversion de la distribution de courant de l'ELPI en concentration en nombre.

Une démarche expérimentale a ainsi été entreprise pour étudier l'influence, sur la concentration et la distribution granulométrique, du choix de la densité implémentée dans le logiciel de l'ELPI.

1.2.2. Méthodologie expérimentale

L'aérosol d'essai est constitué d'agglomérats de Zn/Al générés par projection thermique à l'aide d'un pistolet à arc électrique (Bémer et al., 2010). La densité effective de ces particules a été déterminée par l'association en série d'un DMA TSI® modèle 3080, d'un APM Kanomax® modèle 3601 et d'un CPC TSI modèle 3776. Les concentrations en nombre et en masse obtenues avec un ELPI (Dekati®) seront confrontées à celles mesurées par deux appareils de référence : un SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer, DMA Grimm, Vienna type + CPC Grimm model 5.403) et un TEOM (Tapered Element Oscillating Microbalance). Une attention particulière se portera sur le choix de la masse volumique à implémenter lors du traitement des données brutes de l'ELPI.

Chaque plateau d'impaction de l'ELPI est enduit de graisse de façon à limiter le réentraînement et le rebond de particules préalablement collectées (Rao and Whitby, 1978). Par ailleurs, un fort taux de dilution et de brefs temps d'échantillonnage sont mis en œuvre pour limiter l'accumulation de particules sur les plateaux d'impaction (Van Gulijk et al., 2001). En effet, l'utilisation de l'ELPI sur des temps relativement longs peut entraîner la formation de « dômes » sur les surfaces de collecte à l'origine de biais de mesure de la distribution granulométrique en nombre (Garra et al., 2016).

Traitement des données de l'ELPI

Les concentrations totales en nombre et en masse, obtenues respectivement par le SMPS et le TEOM, sont comparées à celles calculées à partir des données de l'ELPI. Le post-traitement des données brutes de l'ELPI est réalisé en considérant 4 masses volumiques des particules :

- la masse volumique effective déterminée par le couplage DMA/APM ($\rho_e(d_{me})$) ;
- la masse volumique du matériau ($\rho_{Zn/Al} = 5,72 \text{ g/cm}^3$) ;
- la masse volumique standard ($\rho_0 = 1 \text{ g/cm}^3$) ;
- la masse volumique effective moyenne issue d'une pondération entre la distribution de taille de l'aérosol (obtenue par le SMPS) et la masse volumique effective des agglomérats (obtenue par le couplage DMA-APM). Cette grandeur, définie par l'équation 1.8, est égale à 0,71 dans notre cas.

$$\bar{\rho}_e = \frac{\sum_{d_{me}} C_N(d_{me}) \cdot \rho_e(d_{me})}{\sum_{d_{me}} C_N(d_{me})} \quad (1.8)$$

Les données brutes de l'ELPI correspondent à des courants électriques mesurés sur chacun des étages, définis par un diamètre aérodynamique de coupure (Figure 1.8). Convertir cette distribution de courant en distribution de taille implique de convertir les diamètres aérodynamiques en diamètres équivalents en mobilité électrique :

$$d_{me} = d_{ae} \cdot \left(\frac{Cu(d_{ae}) \cdot \rho_0}{Cu(d_{me}) \cdot \rho_{ELPI}} \right)^{1/2} \quad (1.9)$$

où d_{ae} est la médiane géométrique de l'étape de l'ELPI considéré, ρ_{ELPI} l'une des 4 masses volumiques décrites précédemment et $Cu(d_p)$ est le facteur de correction de Cunningham.

Cette conversion de la distribution de courant en distribution de taille implique également d'appliquer la loi de charge $E_{ch}(d_{me})$ décrite en fonction du diamètre en mobilité électrique (Marjamäki et al., 2000).

$$E_{ch}(d_{me}) = \begin{cases} 4.48 \cdot d_{me}^{1.9087} & \text{for } d_{me} < 0.095 \mu\text{m} \\ 1.2930 \cdot d_{me}^{1.3805} & \text{for } 0.095 < d_{me} < 1.196 \mu\text{m} \\ 1.3529 \cdot d_{me}^{1.1308} & \text{for } d_{me} > 1.196 \mu\text{m} \end{cases} \quad (1.10)$$

Finalement, la concentration totale en nombre peut être déterminée selon l'expression suivante :

$$C_{N,T} = \sum_{d_{me}} C_N(d_{me}) = \sum_{d_{me}} \frac{I(d_{me})}{E_{ch}(d_{me})} \quad (1.11)$$

Enfin, la conversion de la distribution granulométrique en nombre en distribution granulométrique en masse nécessite la détermination du diamètre équivalent en volume (d_v) de l'agglomérat et donc l'utilisation d'une des 4 masses volumiques précédemment définies.

$$C_{M,T} = \frac{\pi \cdot \rho_{Zn/Al}}{6} \cdot \sum_{d_{me}} (C_N(d_{me}) \cdot d_v^3) = \frac{\pi \cdot \rho_{Zn/Al}}{6} \cdot \sum_{d_{me}} \left(C_N(d_{me}) \cdot d_{me}^3 \cdot \frac{\rho_{ELPI}}{\rho_{Zn/Al}} \right) \quad (1.12)$$

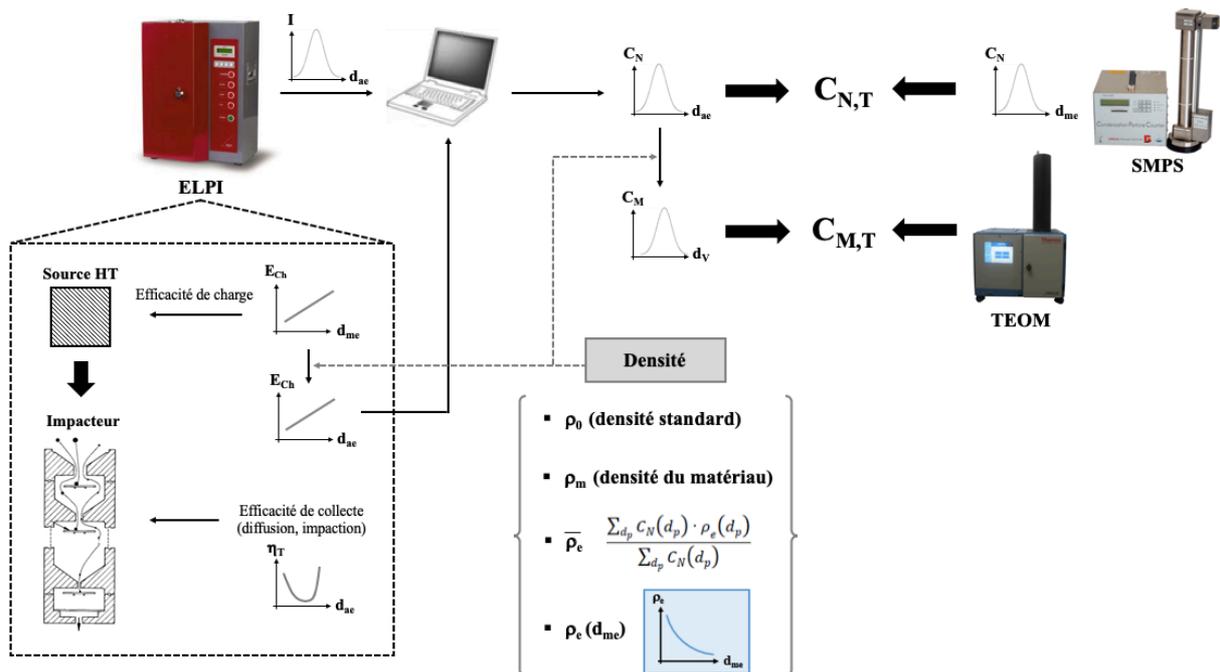


Figure 1.8 : Schématisation du traitement de données de l'ELPI pour la détermination des concentrations totales en nombre et en masse

1.2.3. Résultats & Discussion

La distribution expérimentale de courant mesurée sur les différents étages de l'ELPI est représentée en fonction du diamètre aérodynamique des agglomérats sur la Figure 1.9 (gauche). Seuls les étages 1 à 8 de l'ELPI (gamme de diamètres aérodynamiques allant de 0,03 à 1,61 μm) sont considérés. En effet, comme le courant mesuré sur les autres étages est très faible (< 10 fA) et en deçà de la limite de quantification de l'électromètre, il peut être à l'origine d'une surestimation significative de la concentration massique (Maricq et al., 2006 ; Zervas et al., 2006). A noter que plus de 99,9% du courant total est mesuré sur les étages 1 à 8 ce qui représente plus de 99,997% de la concentration total en nombre (quelle que soit la densité choisie dans le post-traitement des données). La distribution granulométrique en nombre est également représentée sur la Figure 1.9 (droite). Cette distribution, ajustée par une loi normale en utilisant la méthode des moindres carrés, possède un diamètre médian en nombre de 108 nm et un écart-type géométrique de 1,6.

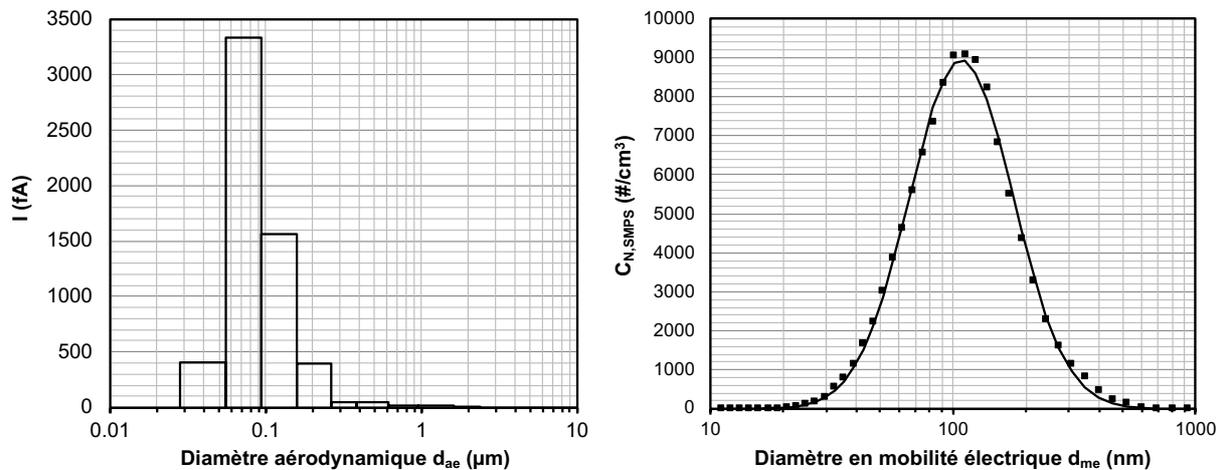


Figure 1.9 : Caractérisation des agglomérats de Zn/Al générés par projection thermique : distribution de courant de l'ELPI (g.) et distribution granulométrique du SMPS (dr.) (Charvet et al., 2015)

Comparaison des concentrations en nombre (ELPI versus SMPS)

Le post-traitement des données de l'ELPI suivant la méthodologie précédemment décrite conduit à l'obtention de concentrations relatives en fonction du diamètre aérodynamique (Figure 1.10, gauche). Quelle que soit la masse volumique employée, la majorité de la concentration en particules se situe sur le second étage de l'ELPI, soit entre 55 et 94 nm. Le post-traitement avec la densité effective semble néanmoins conduire à une plus grande proportion de particules les plus fines.

Les concentrations totales en nombre calculées avec l'ELPI (Tableau 1.4) sont comparées à la concentration totale mesurée par le SMPS, à savoir $1,03 \cdot 10^8$ $\#/cm^3$ (Figure 1.10, droite). Comme escompté, les calculs basés sur la masse volumique du matériau aboutissent à une considérable surestimation de la concentration en nombre, d'un facteur proche de 30. En revanche, le traitement basé sur la masse volumique effective, et dans une moindre mesure sur la masse volumique effective moyenne, semblent en bon accord avec les mesures SMPS, avec des ratios de respectivement 0,95 et 0,89. Même s'il conduit à une surestimation de la concentration totale en nombre (d'un facteur 1,5), l'emploi de la densité standard, préconisé par certains auteurs, pourrait néanmoins s'avérer un choix pertinent, de par sa simplicité.

Tableau 1.4 : Concentrations en nombre et en masse de l'ELPI selon la masse volumique considérée

Masse volumique	$C_{N, ELPI} (\#/cm^3)$	$C_{M, ELPI} (mg/m^3)$
Masse volumique effective, $\rho_e(d_{me})$	$9,81 \times 10^7$	72,40
Masse volumique du matériau ($\rho_{Zn/Al} = 5,72 \text{ g/cm}^3$)	$2,94 \times 10^9$	73,26
Masse volumique standard ($\rho_0 = 1 \text{ g/cm}^3$)	$1,52 \times 10^8$	72,31
Masse volumique effective moyenne ($\overline{\rho_e} = 0,71 \text{ g/cm}^3$)	$9,21 \times 10^7$	72,60

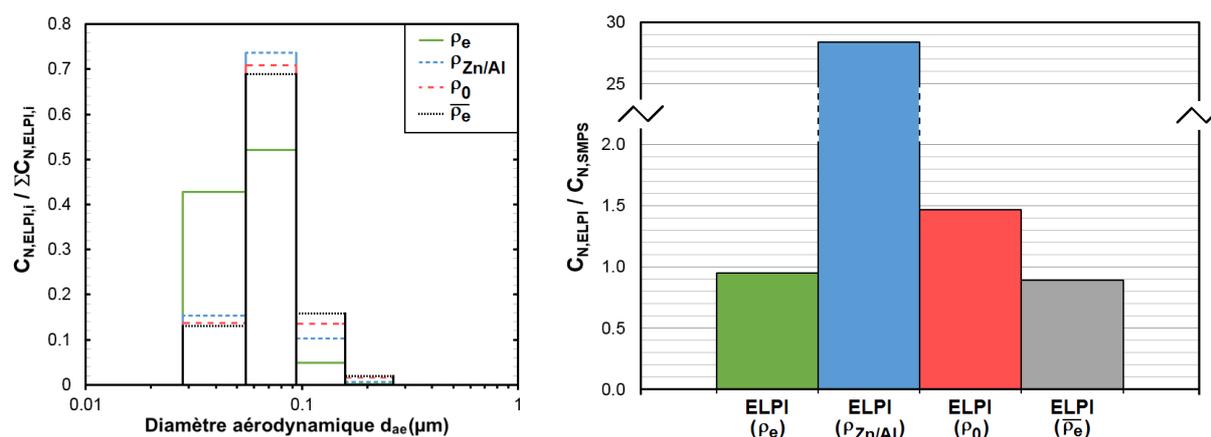


Figure 1.10 : Concentration relative en nombre de l'ELPI selon le diamètre aérodynamique et la densité sélectionnée (g.) ; Rapport des concentrations en nombre de l'ELPI et du SMPS en fonction de la masse volumique (dr.) (Charvet et al., 2015)

Comparaison des concentrations en masse (ELPI versus TEOM)

La conversion des concentrations d'une métrique nombre vers une métrique masse permet l'obtention de la Figure 1.11 (gauche). La distribution granulométrique en masse apparaît peu dépendante de la masse volumique employée avec la présence d'un premier mode proche de 100 nm et représentant plus de 50% de la concentration totale en masse et d'un second mode sur l'étage 8 (0,95 à 1,61 μm) représentant entre 10 et 15% de la concentration totale en masse.

Les concentrations totales en masse calculées avec l'ELPI (Tableau 1.4) sont comparées à la concentration totale mesurée par le TEOM, à savoir 71,58 mg/m^3 (Figure 1.11, droite). Un bon accord est mis en évidence quelle que soit la masse volumique employée. En effet la densité intervient à deux reprises lors du post-traitement des données de l'ELPI. Ainsi, une mauvaise estimation de la concentration en nombre par l'emploi d'une densité inadaptée sera compensée durant la conversion de la distribution en nombre en distribution en masse.

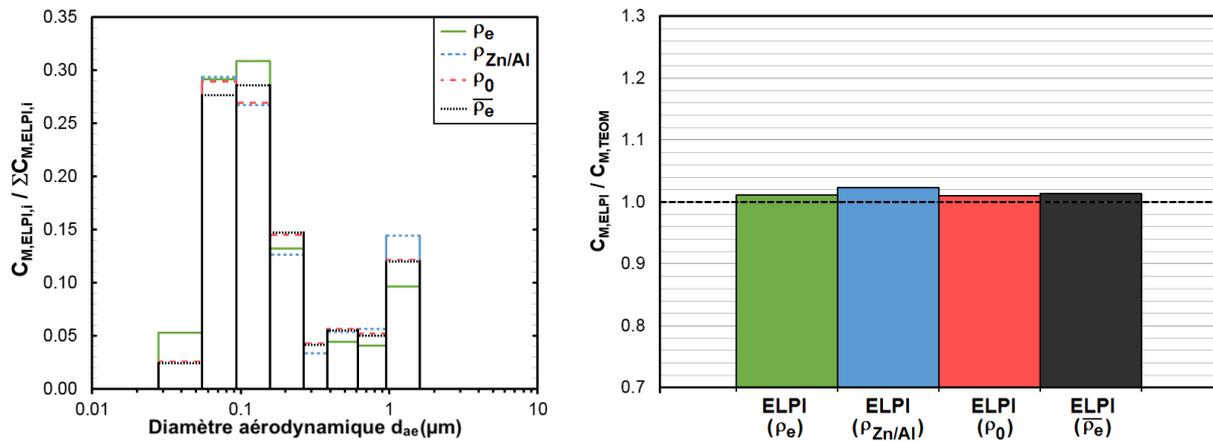


Figure 1.11 : Distribution granulométrique en masse de l'ELPI selon le diamètre aérodynamique et la densité sélectionnée (g.) ; Rapport des concentrations en masse de l'ELPI et du TEOM en fonction de la masse volumique (dr.) (Charvet et al., 2015)

La densité standard : un choix universel ?

Les analyses précédentes ont mis en évidence que l'implémentation de la densité standard dans le logiciel de l'ELPI permettait, malgré une légère surestimation, d'obtenir une concentration en nombre proche de la concentration de référence mesurée avec le SMPS. Il est cependant légitime de se demander si ce relatif bon accord n'est qu'une combinaison fortuite d'une distribution granulométrique et d'une densité effective des agglomérats Zn/Al conduisant à une densité effective moyenne proche de l'unité. En d'autres termes, l'accord serait-il toujours correct pour une autre distribution granulométrique ?

Pour répondre à la question de l'universalité du choix de la densité standard, des distributions granulométriques fictives ont été générées avec des concentrations en nombre et en masse maîtrisées ($C_{N,Référence}$ et $C_{M,Référence}$). Ces distributions lognormales d'écart-type géométrique de 1,6 présentent des diamètres médians (exprimés en mobilité électrique) de 50, 100, 200 et 300 nm. Ces aérosols fictifs sont injectés à l'entrée de l'ELPI et les courants théoriques sur chacun des plateaux calculés selon la méthode décrite par Bau et al. (2014). Les concentrations en nombre et en masse résultantes ($C_{N,ELPI}$ et $C_{M,ELPI}$) ont été déterminées en considérant une masse volumique constante sur la plage 0,1-10 g/cm^3 . La figure 1.12 représente les ratios de concentrations entre la mesure ELPI et la distribution fictive pour la métrique nombre (axe de gauche) et la métrique masse (axe de droite). Comme le diamètre médian en nombre de l'aérosol issu de la projection thermique de Zn/Al est relativement proche de 100 nm, les résultats expérimentaux obtenus pour des densités constantes (ρ_0 , $\rho_{Zn/Al}$, $\overline{\rho_e}$) sont également représentés.

Les résultats mettent en évidence que l'adéquation entre les concentrations en nombre de l'ELPI et de référence sont fortement dépendantes de la distribution granulométrique si le choix se porte vers l'utilisation d'une masse volumique de 1 g/cm^3 . Ainsi le relatif accord obtenu précédent pour une distribution granulométrique d'agglomérats de Zn/Al centrée sur environ 100 nm n'était que fortuit. La mise en œuvre de la densité standard ne peut donc pas être considérée comme une approche universelle, la concentration en nombre calculée par l'ELPI étant distribution et densité-dépendante.

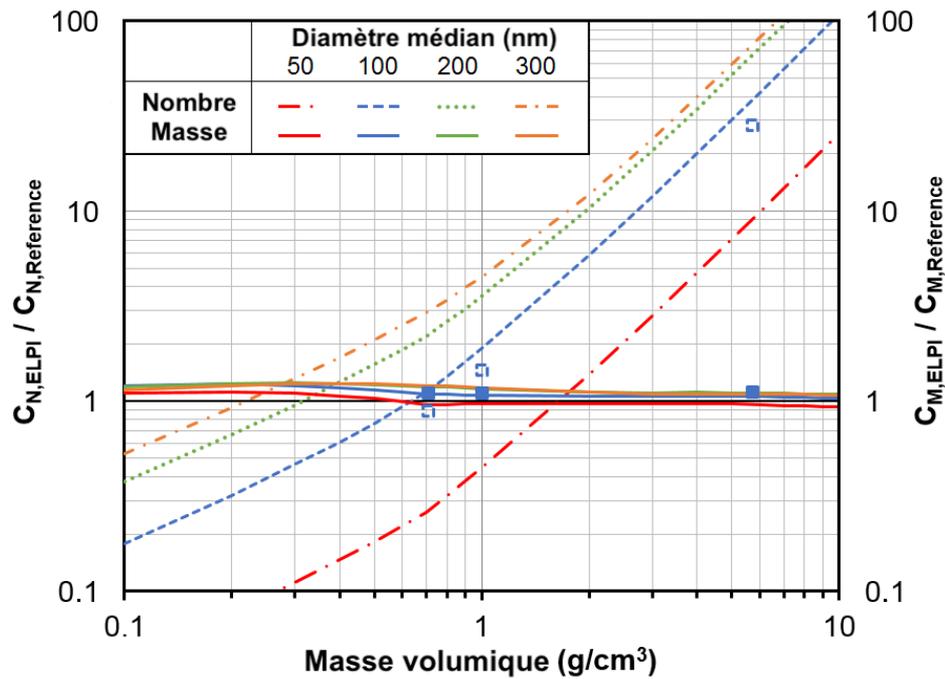


Figure 1.12 : Concentrations théoriques en fonction de la masse volumique et de la distribution granulométrique (les symboles pleins et vides représentent respectivement les concentrations expérimentales en masse en et en nombre) (Charvet et al., 2015)

Il apparaît donc essentiel d’avoir accès à la masse volumique effective ($\rho_e(d_{me})$) d’un aérosol pour assurer une mesure correcte de la concentration en nombre avec un ELPI. D’un point de vue pratique, une densité constante est plus facilement implémentable dans le logiciel de l’ELPI qu’une densité variant avec le diamètre de mobilité électrique des particules, la densité effective moyenne (si connue) est donc à privilégier. En effet, cette densité semble être la plus proche de la densité optimale (définie comme la densité à mettre en œuvre pour obtenir un ratio de concentration en nombre de 1) et ce quelle que soit la distribution granulométrique fictive (Tableau 1.5).

Tableau 1.5 : Ratio de concentrations en nombre selon la masse volumique employée

	Diamètre médian de la distribution lognormale			
	50 nm	100 nm	200 nm	300 nm
Masse volumique effective moyenne $\bar{\rho}_e$ (g/cm ³)	1,27	0,69	0,37	0,26
$C_{N, ELPI} / C_{N, Référence} (\bar{\rho}_e)$	0,65	1,10	1,10	1,12
Masse volumique standard ρ_0 (g/cm ³)	1,00	1,00	1,00	1,00
$C_{N, ELPI} / C_{N, Référence} (\rho_0)$	0,45	1,90	3,57	4,54
Masse volumique optimale, ρ_{opt} (g/cm ³)	1,65	0,64	0,33	0,22
$C_{N, ELPI} / C_{N, Référence} (\rho_{opt})$	1,00	1,00	1,00	1,00

Il est cependant intéressant de noter que ce dispositif, dédié à la mesure d’une concentration en nombre, permet de mesurer de façon tout à fait adéquate la concentration en masse, et ce quelle que soit la densité saisie dans le logiciel de traitement des données brutes.

1.2.4. Conclusion

Parmi les caractéristiques clé des agglomérats, la densité joue un rôle majeur dans le traitement des données de nombreux équipements de métrologie et notamment dans la conversion des distributions en nombre et en masse (Mc Murry et al., 2002). Si l'aérosol est parfaitement caractérisé, des mesures correctes de la concentration en nombre et en masse peuvent être réalisées par un ELPI, en utilisant la masse volumique du matériau pour des particules sphériques et non poreuses et la masse volumique effective pour des agglomérats. Dans ce dernier cas, un post-traitement additionnel des données brutes doit être mis en œuvre. Si l'aérosol n'est pas parfaitement caractérisé, l'emploi d'une densité constante permet d'obtenir une bonne estimation de la concentration en masse mais présente le risque d'obtenir une concentration en nombre non adéquate. La mise en œuvre d'une densité constante, notamment de la densité standard, engendre ainsi des biais, plus ou moins important selon la distribution granulométrique de l'aérosol.

Cette constatation prend toute son importance lorsqu'un ELPI est utilisé pour caractériser l'efficacité d'un séparateur. L'efficacité d'un séparateur, quel qu'il soit, étant fonction de la taille des particules, les distributions granulométriques en amont et en aval du séparateur ne présentent, dans l'immense majorité des cas, pas le même diamètre médian de particules. L'implémentation d'une même densité dans le logiciel de l'ELPI pour la détermination des concentrations amont et aval engendrera donc un biais dans le traitement des données et dans la détermination de l'efficacité.

1.3. Perspectives liées à la métrologie des nano-aérosols

La caractérisation des aérosols s'avère indispensable pour des applications liées à la séparation gaz/solide, tant pour la prédiction de la cinétique de colmatage d'un filtre, que pour la détermination de l'efficacité fractionnelle d'un procédé de dépoussiérage ou encore de l'exposition professionnelle par inhalation, fonctions à la fois de la taille des agglomérats et du diamètre des particules primaires le constituant. Les travaux méthodologiques menés au sein de l'équipe ont notamment permis d'accéder, par l'utilisation conjointe d'équipements associés en série et en parallèle, à certaines propriétés clés de ces nano-objets (masse volumique effective, dimension fractale) sans avoir recours à une longue et fastidieuse analyse de clichés bidimensionnels obtenus au microscope électronique à transmission (MET). Ces travaux ont également mis en évidence les limites de certains appareils commerciaux, dont l'ELPI (Electrical Low Pressure Impactor) qui par la nécessaire connaissance de la masse volumique effective des nano-aérosols mesurés, dans les calculs d'inversion de données programmés dans l'appareil, n'est pas le dispositif idoine pour la détermination de la distribution granulométrique et la concentration en nombre d'un aérosol nanostructuré alors qu'il est commercialisé dans cette optique. Le SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer), certainement l'appareil de métrologie le plus utilisé lorsqu'il est question de nanoparticules, peut lui aussi présenter un biais lié à la présence de particules chargées dans l'aérosol. De par son principe de fonctionnement, le SMPS construit une distribution granulométrique (selon un diamètre équivalent en mobilité électrique) qui est corrigée pour prendre en compte des particules multichargées. Néanmoins, lors de son utilisation pour la caractérisation des performances d'un séparateur, ces particules chargées peuvent être présentes en amont mais absentes en aval car collectées plus efficacement au sein du filtre du fait d'un diamètre volumique plus important. Cette correction des particules multichargées peut donc aboutir à une légère mésestimation de l'efficacité de collecte d'un filtre, même si le pourcentage de particules multichargées est limité pour des nanoparticules. L'acquisition récente d'un AAC (Aerodynamic Aerosol Classifier, Cambustion®) pourrait permettre de s'affranchir de ce biais métrologique lié aux particules multichargées par la mesure d'une distribution granulométrique exprimée en diamètre aérodynamique. Cet équipement, utilisé seul ou en association avec d'autres appareils de métrologie, ouvre également des perspectives en termes de caractérisation de certaines propriétés des nano-aérosols (densité effective, force de trainée). La possibilité de sélectionner des particules selon leur diamètre aérodynamique, tant dans le domaine nanométrique que micronique, permettra également d'affiner la compréhension des mécanismes de collecte opérant dans les différents séparateurs mis en œuvre au sein de l'équipe (médiats fibreux, lits granulaires, laveurs). L'utilisation de cet équipement permettra ainsi de poursuivre plus en avant les travaux de caractérisation fine des aérosols et donc d'affiner le développement de modèles prédictifs de colmatage de filtres prenant en considération les propriétés des particules nanostructurées.

Une seconde perspective liée à la métrologie des aérosols constitue en la mise au point de dispositifs de métrologie basés sur les connaissances de l'équipe en termes de séparation solide/gaz. Un premier travail a été mené dans le cadre d'une ANR Labcom avec l'entreprise LEROUX ET LOTZ pour la caractérisation de suies. L'utilisation des équipements classiques de métrologie des aérosols n'étant pas envisageable à des températures de 800-1000 °C, la caractérisation de nano-aérosols produits à haute température se fait généralement à température ambiante suite à une étape de dilution et/ou refroidissement. Cependant ce changement de température peut être à l'origine de la formation de condensats à la surface des particules nanostructurées (par exemple des suies) et donc d'une potentielle modification de leurs propriétés structurelles et par conséquent de leur taille.

Ainsi les suies caractérisées à température ambiante peuvent s'avérer très différentes et donc non représentatives des suies réellement émises par le procédé. Une réflexion a ainsi été entreprise pour la mise en œuvre d'un dispositif de caractérisation de la distribution granulométrique basé sur des lits granulaires en parallèle implémentables à haute température.

En s'inspirant du SDI2000, développé par l'IRSN (Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire) dans les années 80 mais quasiment pas commercialisé, le principe est d'associer une batterie de lits granulaires homogènes de différentes hauteurs et constitués de billes de diamètres variables qui présenteront chacun des efficacités fractionnelles différentes vis-à-vis des nano-aérosols. Le comptage de la concentration totale en nombre en aval de chaque lit, associé au développement d'un outil d'inversion de données, rend ainsi possible la détermination de la distribution granulométrique des particules. Moyennant une hypothèse d'une distribution monomodale de l'aérosol à caractériser, l'approche et la méthode d'inversion de données ont été validées expérimentalement sur des aérosols réels à température ambiante (Sebestikova et al., 2018). Malgré ces résultats prometteurs, le dimensionnement et la mise au point de ce dispositif de métrologie n'ont pas été poursuivis plus en avant du fait de nombreuses contraintes et difficultés techniques. En effet, à la conception d'un dispositif aussi compact que les granulomètres actuels, s'ajoutent la nécessité d'automatisation et de résistance thermique de l'appareil ainsi que le refroidissement préalable à la mesure de la concentration totale avec un CPC. Par ailleurs, l'ajustement des débits, paramètre clé de l'inversion de données car d'influence sur l'efficacité fractionnelle, est une opération extrêmement délicate en cas d'association de séparateurs en parallèle. Une solution pour s'en affranchir serait de faire des mesures successives sur chacun des lits individuels mais cela se ferait au détriment du temps de mesure.

Néanmoins, la validation de la preuve de concept va permettre la poursuite des travaux dans le cadre d'une collaboration avec l'INRS sur une application liée à la prévention. Ainsi sur la base des connaissances acquises lors du précédent projet et d'études antérieures de l'INRS, une étude est en cours dans l'optique de proposer un dispositif et une méthodologie adaptés à la mesure temps réel de la distribution granulométrique en nombre de nano-aérosols dans les ambiances de travail. La problématique s'inscrit dans un contexte d'exposition d'un nombre croissant de travailleurs aux nanomatériaux susceptibles de causer cancers pulmonaires ou maladies chroniques respiratoires en cas d'inhalation. L'évaluation de l'exposition professionnelle nécessite de connaître la localisation des dépôts dans l'organisme, dépendante de la taille des particules. Comme il n'existe à l'heure actuelle aucun appareil de mesure, à la fois portable, robuste, accessible à des non spécialistes, peu coûteux et capable de mesurer en temps réel la distribution granulométrique en nombre de nano-aérosols, l'objectif est de développer un dispositif compact regroupant le maximum de ces « qualités » et pouvant à terme être déployé dans les atmosphères professionnelles. La solution envisagée, comme alternative aux méthodes existantes basées sur les propriétés de diffusion des particules, repose comme précédemment sur un couplage sélecteur/détecteur ; le sélecteur n'étant plus un lit granulaire mais une grille de diffusion installée dans une cassette classiquement mise en œuvre pour des échantillonnages en milieu professionnel. Les principaux verrous du travail en cours consistent en l'identification des caractéristiques idéales des sélecteurs (dimension des mailles, matériaux, nombre de grilles en série), la définition du bon compromis entre la fiabilité (répétabilité, justesse, ...) et la durée totale de la mesure, le dimensionnement d'un dispositif automatisé et compact et surtout la limitation des hypothèses dans la méthodologie d'inversion de données. En effet, les nano-aérosols présents dans les ambiances de travail peuvent être issus de différentes sources et ne possèdent donc pas une distribution de taille idéale (normale ou lognormale). Ce type d'hypothèses simplificatrices dans la méthode d'inversion de données est donc à proscrire.

Références

- Andrews G.E., Clark A.G., Rojas N.Y., Sale T., Gregory D. (2001). Diesel particle size distribution: The conversion of particle number size distribution to mass distribution. SAE Technical Paper, 2001-01-1946.
- Arffman A., Yli-Ojanperä J., Kalliokoski J., Harra J., Pirjola L., Karjalainen P., Rönkkö T., Keskinen J. (2014). High-resolution low-pressure cascade impactor. *Journal of Aerosol Science* 78:97-109.
- Bau S., Witschger O., Gensdarmes F., Thomas D., Borra J.P. (2010). Electrical properties of airborne nanoparticles produced by a commercial spark-discharge generator. *Journal of Nanoparticle Research* 12:1989-1995.
- Bau S., Witschger O. (2013). A modular tool for analyzing cascade impactors data to improve exposure assessment to airborne nanomaterials. *Journal of Physics: Conference Series* 429 012002. doi: 10.1088/1742-6596/429/1/012002
- Bau S., Bémer D., Gripari F., Appert-Collin J.C., Thomas D. (2014). Determining the effective density of airborne nanoparticles using multiple charging correction in a tandem DMA/ELPI setup. *Journal of Nanoparticle Research* 16:2629.
- Bémer D., Régnier R., Subra I., Sutter B., Lecler M.T., Morele Y. (2010). Ultrafine Particles Emitted by Flame and Electric Arc Guns for Thermal Spraying of Metals. *Annals of Occupational Hygiene* 54:607-614.
- Bitterle E., Karg E., Schroepel A., Kreyling W.G., Tippe A., Ferron G.A., Schmid O., Heyder J., Maier K.L., Hofer T. (2006). Dose-controlled exposure of A549 epithelial cells at the air-liquid interface to airborne ultrafine carbonaceous particles. *Chemosphere* 65:1784-1790.
- Boddu S.R., Gutti V.R., Meyer R.M., Ghosh T.K., Tompson R.V., Loyalka S.K. (2011). Carbon nanoparticle generation, collection and characterization using a spark generator and a thermophoretic deposition cell. *Nuclear Technology* 173:318-326.
- Brown J.S., Kim C.S., Reist P.C., Zeman K.L., Bennett W.D. (2000). Generation of radiolabeled “Soot-like” ultrafine aerosols suitable for use in human inhalation studies. *Aerosol Science and Technology* 32:325-337.
- Byeon J.H., Park J.H., Hwang J. (2008). Spark generation of monometallic and bimetallic aerosol nanoparticles. *Journal of Aerosol Science* 39:888-896.
- [Charvet A., Bau S., Paez Coy N.E., Bémer D., Thomas D. \(2014\). Characterizing the effective density and primary particle diameter of airborne nanoparticles produced by spark discharge using mobility and mass measurements \(tandem DMA/APM\). *Journal of Nanoparticle Research* 16:2418.](#)
- [Charvet A., Bau S., Bémer D., Thomas D. \(2015\). On the importance of Density in ELPI Data Post-Treatment. *Aerosol Science and Technology* 49:1263-1270.](#)
- DeCarlo P. F., Slowik J.G., Worsnop D.R., Davidovits P., Jimenez J.L. (2004). Particle morphology and density characterization by combined mobility and aerodynamic diameter measurements. Part 1: Theory. *Aerosol Science and Technology* 38:1185-1205.
- Dong Y., Hays M.D., Smith N.D., Kinsey J.S. (2004). Inverting cascade impactor data for size-resolved characterization of fine particulate source emissions. *Journal of Aerosol Science* 35:1497-1512.
- Ehara K., Hagwood C., Coakley K.J. (1996). Novel method to classify aerosol particles according to their mass-to-charge ratio — Aerosol Particle Mass Analyzer. *Journal of Aerosol Science* 27:217-234.
- Endo Y., Chen D.R., Pui D.Y.H. (1998) Effects of particle polydispersity and shape factor during dust cake loading on air filters. *Powder Technology* 98:241-249.

- Evans D.E., Harrison R.M., Ayres J.G. (2003a). The generation and characterization of elemental aerosols for human challenge studies. *Journal of Aerosol Science* 34:1023-1041.
- Evans D.E., Harrison R.M., Ayres J.G. (2003b). The generation and characterization of metallic and mixed element aerosols for human challenge studies. *Aerosol Science and Technology* 37:975-987.
- Garra P., Trouvé G., Dieterlen A., Kohler S. (2016). Impactors long term collection errors and correction using reflected light microscopy. *Journal of Aerosol Science* 91:1-14.
- Ghazi R., Tjong H., Soewono A., Rogak S.N., Olfert J.S. (2013). Mass, mobility, volatility, and morphology of soot particles generated by a McKenna and Inverted Burner. *Aerosol Science and Technology* 47:395-405.
- Graves B. M., Koch C. R., Olfert J. S. (2017). Morphology and volatility of particulate matter emitted from a gasoline direct injection engine fuelled on gasoline and ethanol blends. *Journal of Aerosol Science* 105:166-178.
- Held A., Zerrath A., McKeon U., Fehreback T., Niessner R., Plass-Dülmer C., Kaminski U., Berresheim H., Pöschl U. (2008). Aerosol size distributions measured in urban rural and high-alpine air with an electrical low pressure impactor. *Atmospheric Environment* 42:8502-8512.
- Helsper C., Molter W., Löffler F., Wadenpohl C., Kaufmann S., Wenninger G. (1993). Investigations of a new aerosol generator for the production of carbon aggregate particles. *Atmospheric Environment* 27:1271-1275.
- Horwath H., Gangl M. (2003). A low-voltage spark generator for production of carbon particles. *Journal of Aerosol Science* 34:1581-1588.
- ICRP (1994). Human respiratory tract model for radiological protection. ICRP Publication 66, Ann. ICRP 24:1-3.
- Johnson T. J., Olfert J.S., Cabot R., Tracy C., Yurteri C.U., Dickens C., Mc Aughey J., Symonds J.P.R. (2014). Steady-state measurement of the effective particle density of cigarette smoke. *Journal of Aerosol Science* 75:9-16.
- Keskinen J., Pietarinen K., Lehtimäki M. (1992). Electrical low pressure impactor. *Journal of Aerosol Science* 23:353-360.
- Khalizov A.F., Hogan B., Qiu C., Petersen E.L., Zhang R. (2012). Characterization of soot aerosol produced from combustion of propane in a shock tube. *Aerosol Science and Technology* 46:925-936.
- Kim J.T., Chang J.S. (2005). Generation of metal oxide aerosol particles by a pulsed spark discharge technique. *Journal of Electrostatics* 63:911-916.
- Kim S.C., Wang J., Shin W.G., Scheckman J.H., Pui D.Y.H. (2009). Structural properties and filter loading characteristics of soot agglomerates. *Aerosol Science and Technology* 43:1033-1041.
- Kim S.H., Mulholland G.W., Zachariah M.R. (2009). Density measurement of size selected multiwalled carbon nanotubes by mobility-mass characterization. *Carbon* 47:1297-1302.
- Kreyling W.G., Semmler M., Erbe F., Mayer A., Takenaka S., Schultz H., Oberdörster G., Ziesenis A. (2002). Translocation of ultrafine insoluble iridium particles from lung epithelium to extrapulmonary organs is size dependent but very low. *Journal of Toxicology and Environmental Health, Part A* 65:1513-1530.
- Kreyling W.G., Semmler-Behnke M., Seitz J., Scymzak W., Wenk A., Mayer P., Takenaka S., Oberdörster G. (2009). Size dependence of the translocation of inhaled iridium and carbon nanoparticle aggregates from the lung of rats to the blood and secondary target organs. *Inhalation Toxicology* 21:55-60.

- Ku B.K., Emery M.S., Maynard A.D., Stolzenburg M.R., Mc Murry P.H. (2006). In situ structure characterization of airborne carbon nanofibres by a tandem mobility-mass analysis. *Nanotechnology* 17:3613-3621.
- Ku B.K., Kulkarni P. (2012). Comparison of diffusion charging and mobility-based methods for measurement of aerosol agglomerate surface area. *Journal of Aerosol Science* 47:100-110.
- Kuuluvainen H., Arffman A., Saukko E., Virtanen A., Keskinen J. (2013). A new method for characterizing the bounce and charge transfer properties of nanoparticles. *Journal of Aerosol Science* 55:104-115.
- Liang B., Ge Y., Tan J., Han X., Gao L., Hao L., Ye W., Dai P. (2013). Comparison of PM emissions from a gasoline direct injected (GDI) vehicle and a port fuel injected (PFI) vehicle measured by electrical low pressure impactor (ELPI) with two fuels: Gasoline and M15 methanol gasoline. *Journal of Aerosol Science* 57:22-31.
- Maricq M.M., Xu N., Chase R.E. (2006). Measuring Particulate Mass Emissions with the Electrical Low Pressure Impactor. *Aerosol Science and Technology* 40:68-79.
- Marjamäki M., Keskinen J., Chen D.-R., Pui D. Y. H. (2000). Performance evaluation of the Electrical Low-Pressure Impactor (ELPI). *Journal of Aerosol Science* 31:249-261.
- Mc Murry P.H., Wang X., Park K., Ehara K. (2002). The relationship between mass and mobility for atmospheric particles: a new technique for measuring particle density. *Aerosol Science and Technology* 36:227-238.
- Nabi M.N., Brown R.J., Ristovski Z., Hustad J.E. (2012). A comparative study of the number and mass of fine particles emitted with diesel fuel and marine gas oil (MGO). *Atmospheric Environment* 57:22-28.
- Olfert J.S., Collings N. (2005). New method for particle mass classification - The Couette centrifugal particle mass analyzer. *Journal of Aerosol Science* 36:1338-1352.
- Olfert J. S., Symonds J. P. R., Collings N. (2007). The effective density and fractal dimension of particles emitted from a light-duty diesel vehicle with a diesel oxidation catalyst. *Journal of Aerosol Science* 38:69-82.
- Olfert J.S., Dickau M., Momenimovahed A., Saffaripour M., Thomson K., Smallwood G., Stettler M.E.J., Boies A., Sevcenco Y. Crayford A., Jonhson M. (2017). Effective density and volatility of particles sampled from a helicopter gas turbine engine. *Aerosol Science and Technology* 51:704-714.
- Pagels J., Gudmundsson A., Gustavsson E., Asking L., Bohgard M. (2005). Evaluation of Aerodynamic Particle Sizer and Electrical Low-Pressure Impactor for Unimodal and Bimodal Mass-Weighted Size Distributions. *Aerosol Science and Technology* 39:871-887.
- Pagels J., Khalizov A., Mc Murry P.H., Zhang R. (2009). Processing of soot by controlled sulphuric acid and water condensation-Mass and Mobility Relations. *Aerosol Science and Technology* 43:629-640.
- Park K., Kittelson D.B., Mc Murry P.H. (2004). Structural properties of diesel exhaust particles measured by transmission electron microscopy (TEM): relationships to particle mass and mobility. *Aerosol Science and Technology* 38:881-889.
- Price H.D., Stahlmecke B., Arthur R., Kaminski H., Lindermann J., Daüber E., Asbach C., Kuhlbusch T.A.J., Béubé K.A., Jones, T.P. (2014). Comparison of instruments for particle number size distribution measurements in air quality monitoring. *Journal of Aerosol Science* 76:48-55.
- Quiros D. C., Hu S., Hu S., Lee E.S., Sardar S., Wang X., Olfert J.S., Jung H.S., Zhu Y., Huai T.(2015). Particle effective density and mass during steady-state operation of GDI, PFI, and diesel passenger cars. *Journal of Aerosol Science* 83:39-54.

- Rao A. K., Whitby K. T. (1978). Non-ideal collection characteristics of inertial impactors - II. Cascade impactors. *Journal of Aerosol Science* 9:87-100.
- Rissler J., Messing M.E., Malik A.I., Nilsson P.T., Nordin E.Z., Bohgard M., Sanati M., Pagels J.H. (2013). Effective density characterization of soot agglomerates from various sources and comparison to aggregation theory. *Aerosol Science and Technology* 47:792-805.
- Roth C., Ferron G.A., Karg E., Lentner B., Schumann G., Takenaka S., Heyder J. (2004). Generation of ultrafine particles by spark discharging. *Aerosol Science and Technology* 38:228-235.
- Scheckman J. H., Mc Murry P. H., Pratsinis S. E. (2009). Rapid characterization of agglomerate aerosols by in situ mass– mobility measurements. *Langmuir* 25:8248-8254.
- Schmid O., Karg E., Hagen D.E., Whitefield P.D., Ferron G.A. (2007). On the effective density of non-spherical particles as derived from combined measurements of aerodynamic and mobility equivalent size. *Journal of Aerosol Science* 38:431-443.
- Schwyn S., Garwin E., Schmidt-Ott A. (1988). Aerosol generation by spark discharge. *Journal of Aerosol Science* 19:639-642.
- [Sebestikova K., Charvet A., Thomas D. \(2018\). Granular bed filtration for the determination of particle size distribution, European Conference on Fluid-Particle Separation, Lyon \(France\), 15-17 October 2018.](#)
- Seipenbusch M., Weber A.P., Schiel A., Kasper G. (2003). Influence of gas atmosphere on restructuring and sintering kinetics of nickel and platinum aerosol nanoparticle agglomerates. *Journal of Aerosol Science* 34:1699-1709.
- Shapiro M., Vainshtein P., Dutcher D., Emery M., Stolzenburg M., Kittelson D.B., Mc Murry P.H. (2012). Characterization of agglomerates by simultaneous measurement of mobility, vacuum aerodynamic diameter and mass. *Journal of Aerosol Science* 44:24-45.
- Shi J.P., Harrison R.M., Brear F. (1999). Particle size distribution from a modern heavy duty diesel engine. *Science of the Total Environment* 235:305-307.
- Shin W. G., Mulholland G.W., Kim S.C., Wang J., Emery M.S., Pui D.Y.H. (2009). Friction coefficient and mass of silver agglomerates in the transition regime. *Journal of Aerosol Science* 40:573-587.
- Shin W.G., Mulholland G.W., Pui D.Y.H. (2010). Determination of volume, scaling exponents, and particle alignment of nanoparticle agglomerates using tandem differential mobility analyzers. *Journal of Aerosol Science* 41:665-681.
- Sipkens T.A., Olfert J.S., Rogak N. (2020). Inversion methods to determine two-dimensional aerosol mass-mobility distributions: A critical comparison of established methods. *Journal of Aerosol Science* 140.
- Skillas G., Burtscher H., Siegmann K., Baltensperger U. (1999). Density and fractal-like dimension of particles from a laminar diffusion flame. *Journal of Colloid and Interface Science* 217:269-274.
- Sorensen C.M. (2011). The Mobility of Fractal Aggregates: A Review. *Aerosol Science and Technology* 45:765-779.
- Szymczak W., Menzel N., Kreyling W.G., Wittmaack K. (2006). TOF-SIMS characterisation of spark-generated nanoparticles made from pairs of Ir–Ir and Ir–C electrodes. *International Journal of Mass Spectrometry* 254:70–84.
- Tabrizi N.S., Ullmann M., Vons V.A., Lafont U., Schmidt-Ott A. (2009a). Generation of nanoparticles by spark discharge. *Journal of Nanoparticle Research* 11:315-332.
- Tabrizi N.S., Xu Q., van der Pers N.M., Lafont U., Schmidt-Ott A. (2009b). Synthesis of mixed metallic nanoparticles by spark discharge. *Journal of Nanoparticle Research* 11:1209-1218.

Tabrizi N.S., Xu Q., van der Pers N.M., Schmidt-Ott A. (2010). Generation of mixed metallic nanoparticles from immiscible metals by spark discharge. *Journal of Nanoparticle Research* 12:247-259.

Thomas D., Ouf F.X., Gensdarmes F., Charvet A., Bardin-Monnier N., Appert-Collin J.C. (2011). Perte de charge d'un dépôt de particules nanostructurées - Application aux aérosols d'incendie, 2^{èmes} Journées Francophones SF²P, 15-16 juin, Nancy, 49-54.

Ushakov,S., Valland H., Nielsen J.B., Hennie E. (2013). Particle size distributions from heavy-duty diesel engine operated on low-sulfur marine fuel. *Fuel Processing Technology* 106:350-358.

Van Gulijk C., Schouten J.M., Marijnissen J.C.M, Makkee M., Moulijn J.A. (2001). Restriction for the ELPI in diesel particulate measurements. *Journal of Aerosol Science* 32:1117-1130.

Van Gulijk C., Marijnissen J.C.M., Makkee M., Moulijn J.A., Schmidt-Ott A. (2004). Measuring diesel soot with a scanning mobility particle sizer and an electrical low-pressure impactor: performance assessment with a model for fractal-like agglomerates *Journal of Aerosol Science* 35:633-655.

Virtanen A., Marjamäki M., Ristimäki J., Keskinen J. (2001). Fine particle losses in electrical low pressure impactor. *Journal of Aerosol Science* 32:389-401.

Virtanen A., Ristimäki J., Keskinen J. (2004). Method for measuring effective density and fractal dimension of aerosol agglomerates. *Aerosol Science and Technology* 38:437-446.

Wentzel M., Gorzawski H., Naumann K.H., Saathoff H., Weinbruch S. (2003). Transmission electron microscopical and aerosol dynamical characterization of soot aerosols. *Journal of Aerosol Science* 34:1347-1370.

Zervas E., Dorlhène P., Forti L., Perrin C., Momique C., Monier R., Ing H., Lopez B. (2006). Exhaust gas particle mass estimation using an electrical low pressure impactor. *Energy & Fuels* 20:498-503.

FILTRATION DES NANO-AEROSOLS

Les médias fibreux, de par leur efficacité de collecte importante quelle que soit la taille des particules et leur faible dépense énergétique, sont indéniablement les séparateurs gaz/solide les plus usités tant pour des problématiques liées au respect des normes de rejet environnemental (traitement des effluents industriels), à la protection des personnes (équipements de protection individuelle), à la qualité de l'air intérieur (habitacles de véhicules, centrales de traitement de l'air, ...) ou encore au confinement dans les domaines médicaux, pharmaceutiques ou nucléaires. Quelle que soit l'application, ils doivent garantir une efficacité importante couplée à une perte de charge limitée. Ces performances sont typiquement évaluées par la figure de mérite (également nommée facteur de qualité) qui représente le ratio entre la pénétration des particules et la perte de charge du filtre considéré (Brown, 1993). Une valeur élevée de ce paramètre dépend non seulement de l'écoulement dans la structure poreuse et donc des propriétés structurales du filtre mais également des caractéristiques de l'aérosol et des conditions opératoires. Les interactions entre les trois sommets du triangle de la filtration (Figure 2.1) vont conditionner non seulement les performances initiales des médias fibreux mais aussi la structure du dépôt qui influencera la capacité de rétention et l'évolution temporelle de la perte de charge et de l'efficacité.

L'objectif de l'équipe consiste à améliorer les connaissances sur ces interactions dans une optique d'optimiser les performances initiales et temporelles des médias fibreux, qu'ils soient régénérables, typiquement dans le cas du dépolluissage industriel, ou non comme pour le confinement ou la protection individuelle.

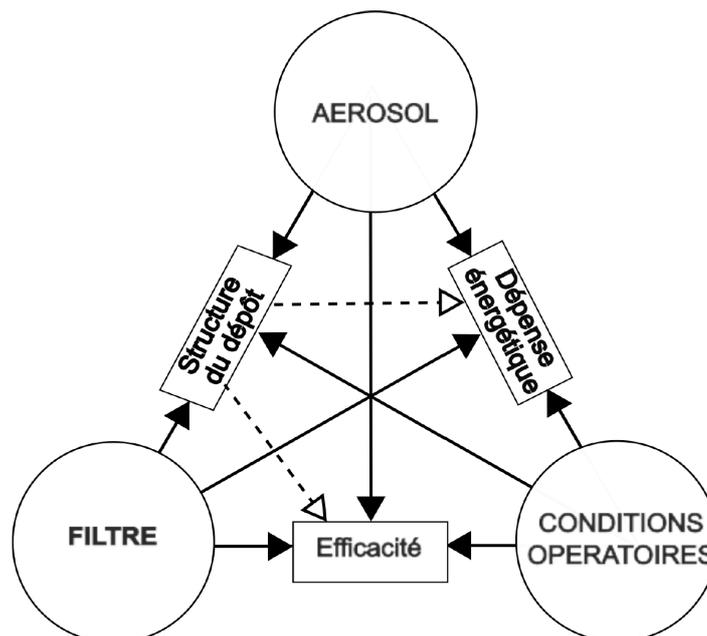


Figure 2.1 : Triangle de la filtration (Thomas et al., 2017)

2.1. Généralités sur la filtration des aérosols

Dans le domaine de la filtration des aérosols, les médias fibreux sont généralement non tissés, c'est-à-dire des structures complexes constituées d'un arrangement aléatoire de fibres individuelles qui peuvent être liées par friction ou adhésion. Ces médias présentent des compositions (polymère, verre, cellulose, acier) et des propriétés structurales diverses (distributions de taille de fibres, épaisseur, porosité) et dépendantes du procédé de fabrication. Les filtres à fibres de verre ou cellulosiques sont ainsi majoritairement produits par voie humide (procédé papetier) alors que les médias fibreux à base de polymère (polytéréphtalate d'éthylène, polypropylène) sont fabriqués par voie fondue selon les technologies spunbond ou meltblown. Après mise en forme et selon l'application visée, ces médias doivent présenter des performances spécifiques.

Ainsi les équipements de protection respiratoire (FFP pour Filtering FacePiece), généralement constitués de différentes couches fibreuses en polymère et conditionnés sous forme de coques ou de bec de canard doivent respecter certaines exigences légales avant mise sur le marché.

Tableau 2.1: Exigences réglementaires des masques FFP2 et de leurs équivalents internationaux

	N95 (USA)	FFP2 (Europe)	KN95 (Chine)
Norme	NIOSH-42C-FR84	EN 149-2009	GB2626-2006
Efficacité totale de collecte	≥ 95 %	≥ 94 %	≥ 95 %
Fuite au visage	Non spécifiée	< 8 %	< 8 %
Aérosol d'essai	NaCl	NaCl Huile de paraffine	NaCl
Perte de charge (Pa)	≤ 343 Pa (à 85 l/min)	≤ 70 Pa (à 30 l/min) ≤ 240 Pa (à 95 l/min)	≤ 350 Pa (à 85 l/min)

De même, les filtres industriels, généralement constitués de fibres de verre et plissés pour limiter l'encombrement, la vitesse de filtration et la perte de charge, sont classés par groupe et classe selon leurs performances de filtration et au regard des exigences légales.

Les filtres à air de ventilation générale sont regroupés en 4 familles par la nouvelle norme NF EN ISO 16890 (en remplacement de la norme ISO EN 779). Cette classification dépend à la fois (i) des efficacités spectrales expérimentales mesurées sur des éléments filtrants non traités et déchargés par de la vapeur d'isopropanol, et (ii) du calcul de l'efficacité gravimétrique (ePM_x) sur des distributions granulométriques standardisées fictives (distribution granulométrique rurale pour les PM10 ou urbaine pour les PM1 et PM2,5). Malgré sa complexité, cette norme a le mérite de classer les filtres indépendamment de la distribution de l'aérosol d'essai généré sur les éléments filtrants.

Tableau 2.2: Classification des filtres à air à haute efficacité (selon NF EN ISO 29463)

Groupe	Exigence		
	$ePM_{1,min}$	$ePM_{2,5,min}$	ePM_{10}
ISO Grossier	Non spécifiée	Non spécifiée	< 50 %
ISO ePM_{10}	Non spécifiée	Non spécifiée	≥ 50 %
ISO $ePM_{2,5}$	Non spécifiée	≥ 50 %	Non spécifiée
ISO ePM_1	≥ 50 %	Non spécifiée	Non spécifiée

Pour les filtres à haute efficacité, la norme NF EN ISO 29463 (en remplacement de la norme ISO EN 1822) décrit les efficacités minimales à la MPPS (Most Penetrating Particle Size) pour les filtres à air à haute efficacité (E), à très haute efficacité (H) et à très faible pénétration (U). Elle impose notamment aux filtres d’assurer une efficacité globale et une efficacité locale garantie en tout point du filtre.

Tableau 2.3: Classification des filtres à air à haute efficacité (selon NF EN ISO 29463)

Classe	Efficacité globale (pour la particule la plus pénétrante)	Efficacité locale
ISO 15 E	≥ 95 %	Non spécifiée
ISO 20 E	≥ 99 %	Non spécifiée
ISO 25 E	≥ 99,5 %	Non spécifiée
ISO 30 E	≥ 99,9 %	Non spécifiée
ISO 35 H	≥ 99,95 %	≥ 99,75 %
ISO 40 H	≥ 99,99 %	≥ 99,95 %
ISO 45 H	≥ 99,995 %	≥ 99,975 %
ISO 50 H	≥ 99,999 %	≥ 99,995 %
ISO 55 H	≥ 99,999 5 %	≥ 99,997 5 %
ISO 60 U	≥ 99,999 9 %	≥ 99,999 5 %
ISO 65 U	≥ 99,999 95 %	≥ 99,999 75 %
ISO 70 U	≥ 99,999 99 %	≥ 99,999 9 %
ISO 75 U	≥ 99,999 995 %	≥ 99,999 9 %

2.1.1. Perte de charge d’un média fibreux

La perte de charge d’un média fibreux est, avec l’efficacité de collecte, l’un des paramètres prépondérants dans le choix d’un filtre. La minimalisation de la dépense énergétique engendrée par l’écoulement dans la structure fibreuse (média), mais également à son approche (plissage), est ainsi l’objectif à atteindre lors de la conception et la fabrication d’un filtre. La filtration s’effectuant généralement à faible nombre de Reynolds, la perte de charge (ΔP) d’un média fibreux peut être estimée par la loi de Darcy, valable en régime laminaire :

$$\Delta P = U_f \cdot \mu \cdot \frac{Z}{\kappa} \quad (2.1)$$

avec U_f la vitesse moyenne de filtration, μ la viscosité dynamique du gaz, Z l’épaisseur et κ la perméabilité de la structure fibreuse, fonction de la distribution de taille de fibres, de la compacité (ou fraction volumique de fibres) et de l’arrangement des fibres.

Cette perméabilité d’un média fibreux est généralement définie comme le ratio du carré du rayon des fibres et d’une fonction de compacité dépendante de l’orientation des fibres (Figure 2.2) :

$$\kappa = \frac{r_f^2}{f(\alpha)} = \frac{d_f^2}{4 \cdot f(\alpha)} \quad (2.2)$$

Parmi les nombreuses relations disponibles dans la littérature scientifique (Thomas et al., 2017 ; Thomas et al., 2022), les fonctions de compacité définies pour un écoulement perpendiculaire aux fibres semblent les plus pertinentes pour la filtration ; les médias étant généralement isotropes dans le plan normal à l'écoulement (Figure 2.2c).

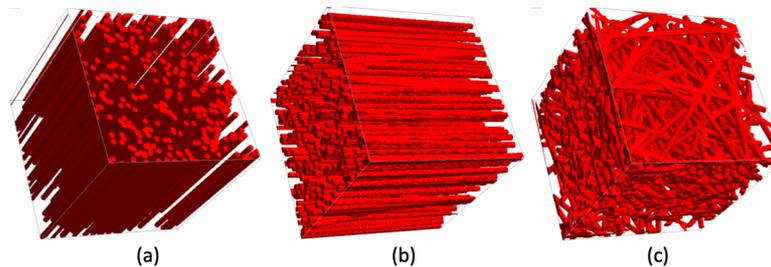


Figure 2.2 : Microstructures fibreuses, générées par GeoDict®, avec différentes orientations de fibres

En plus du choix de cette fonction de compacité, les médias fibreux étant généralement composés de fibres de diamètre non homogène, se pose la question du diamètre équivalent pertinent dans les modèles de perméabilité : diamètre médian, moyen, en nombre, en surface, en volume, ...

Les modèles existants ne permettent malheureusement pas de prédire de façon satisfaisante la perte de charge de filtres commerciaux. En effet, les paramètres d'entrée de ces modèles sont généralement macroscopiques et ne prennent pas en compte les différentes caractéristiques du filtre susceptibles d'influer l'écoulement du fluide (polydispersité des fibres, présence de liants, plissage du média, hétérogénéités locales). Une grande majorité des corrélations disponibles dans la littérature scientifique repose ainsi sur l'hypothèse d'une distribution monomodale des fibres constitutives du milieu, alors même que des observations microscopiques mettent en évidence des distributions log-normales indépendamment de la technique de fabrication du filtre (Singha et al., 2012). Des simulations ont certes été menées sur des médias fibreux bimodaux (Clague et Phillips, 1997 ; Brown et Thorpe, 2001 ; Mattern et Deen, 2008 ; Tafreshi et al., 2009 ; Gervais et al., 2012) mais aucun consensus ne se dégage quant au calcul du diamètre équivalent à implémenter dans les modèles de perméabilité (Tucny et al., 2022).

Par ailleurs, s'appuyer sur des mesures expérimentales de perméabilité implique de parfaitement connaître les caractéristiques du média fibreux pour définir une corrélation. Or la détermination de la distribution de taille de fibres, par microscopie optique, électronique ou par analyse de clichés de microtomographie, engendre des biais car souvent limitée à un échantillon de filtre de petite taille. La mesure précise de l'épaisseur d'un média, et par extension de sa compacité, s'avère aussi délicate du fait de la compressibilité du matériau et de sa rugosité de surface. Enfin l'anisotropie et l'hétérogénéité de ce type de matériaux fibreux est à l'origine d'écoulements complexes dans la structure fibreuse et donc de perméabilités possiblement variables selon les échantillons.

Ces constats nous ont incité à nous orienter vers la simulation numérique pour accéder à cette propriété qu'est la perméabilité. L'utilisation du logiciel GeoDict®, code de calcul à éléments finis, rend possible la génération de structures fibreuses tridimensionnelles dont les propriétés macroscopiques (compacité, distribution de taille de fibres, épaisseur) sont parfaitement définies. Cette approche numérique permet ainsi de mener des « expérimentations numériques », moins chronophages et plus maîtrisées que des expérimentations classiques. Ces études numériques sur des structures fibreuses, initiées depuis plusieurs années au sein de l'équipe, sous l'impulsion de Nathalie Bardin-Monnier, ont notamment permis d'établir des corrélations de perméabilité en tenant compte de la distribution normale ou log-normale de taille des fibres (Thomas et al., 2022). Ce travail de simulation, est actuellement poursuivi et fait indéniablement partie des priorités de recherche dans les années à venir.

2.1.2. Efficacité de collecte

L'efficacité de collecte constitue le critère principal de performance et donc de sélection d'un média fibreux car elle conditionne notamment le niveau de protection d'un masque dans un contexte de protection des personnes ou le respect d'une norme de rejet dans un contexte environnemental. Cette performance d'un filtre, également exprimée en termes de perméance ou de coefficient d'épuration, peut être déterminée expérimentalement par des mesures de concentrations en amont et en aval du filtre, sous réserve de respect des bonnes pratiques d'échantillonnages (prélèvement isocinétique, limitation des pertes en ligne, ...):

$$E = 1 - \frac{C_{aval}}{C_{amont}} = 1 - P \quad (2.3)$$

avec E l'efficacité de collecte d'un filtre, P sa perméance, C_{aval} et C_{amont} les concentrations en aval et en amont du filtre. A noter que cette efficacité peut s'exprimer en nombre ou en masse selon la métrique des concentrations et peut être considérée comme totale (i.e. pour l'ensemble des tailles de particules) ou fractionnelle (i.e. pour une taille de particules donnée).

L'efficacité de collecte d'un média fibreux peut également être calculée à partir de ses propriétés structurales (compacité, épaisseur, diamètre de fibres) ainsi que de la connaissance des conditions opératoires (vitesse) et de la taille des particules :

$$E = 1 - \exp\left(-4 \cdot \frac{\alpha}{(1-\alpha)} \cdot \frac{Z}{\pi \cdot d_f} \cdot \eta_T\right) \quad (2.4)$$

$$\eta_T = 1 - \prod_{i=1}^n (1 - \eta_i) \quad (2.5)$$

avec α la compacité, Z l'épaisseur du filtre, d_f le diamètre de fibre, η_T l'efficacité unitaire globale d'une seule fibre et η_i l'efficacité unitaire de collecte par un mécanisme i (diffusion brownienne, impaction inertielle, interception ou effets électrostatiques).

A noter que certains auteurs considèrent la vitesse moyenne de filtration et non la vitesse interstitielle ce qui aboutit à la disparition du terme $(1-\alpha)$ dans l'équation (2.4). Par ailleurs, tout comme dans l'expression de la perméabilité, se pose la question du choix d'un diamètre de fibre pertinent ; un média, même si constitué d'un seul type de fibres, présentera en effet une distribution de taille de fibres plus ou moins dispersée autour d'une valeur moyenne.

L'efficacité unitaire d'une fibre, assimilable à un cylindre, est définie comme le ratio entre la quantité de particules collectées par la fibre et la quantité de particules ayant traversé une section virtuelle en amont de cette même fibre. Même si la pertinence de ce concept est questionnable pour les mécanismes diffusionnels et électrostatiques pour lesquels les trajectoires des particules ne suivent pas les lignes de courant du fluide, de nombreuses expressions sont recensés dans la littérature scientifique (Thomas et al., 2017) pour chacun des mécanismes de collecte dont le principe est schématisé en Figure 2.3.

Ces expressions de l'efficacité unitaire sont toutes définies selon un nombre adimensionnel dépendant du mécanisme considéré :

- *La diffusion brownienne*, fonction du nombre de Péclet (ratio entre les transport convectif et diffusif), est un mécanisme de collecte résultant du mouvement aléatoire d'une particule en suspension suite aux chocs avec les molécules de gaz environnantes. La trajectoire erratique de la particule conduit donc à une probabilité élevée de rencontre avec une fibre constitutive du média. Ce mécanisme, significatif pour les particules de taille inférieure à une centaine de nanomètres, est donc d'autant plus prépondérant que les particules sont petites.
- *L'interception*, mécanisme indépendant de la vitesse de filtration, se produit lorsque qu'une particule suivant une ligne de courant passe à une distance d'une fibre inférieure à son propre rayon. Ce mécanisme dépend du nombre d'interception (ratio entre les diamètres de particule et de fibre) et concerne des particules de diamètre supérieure à une centaine de nanomètres. La collecte par interception est d'autant plus importante que les particules sont volumineuses et les fibres fines.
- *L'impaction inertielle*, fonction du nombre de Stokes (ratio entre la distance d'arrêt de la particule et la dimension de la fibre), devient prépondérante pour les particules microniques. En effet, de par son inertie, une particule de diamètre plus important ne parviendra pas à suivre les lignes de courant et s'impactera sur une fibre plutôt que de la contourner.
- *Les effets électrostatiques* peuvent contribuer à l'efficacité de collecte si les fibres et/ou les particules sont porteuses de charges électrostatiques et ce quelle que soit la taille des particules. Un filtre électret, dont les fibres sont chargées, permet ainsi d'améliorer l'efficacité sans modifier la perte de charge, ce qui représente un réel bénéfice sous réserve de maintien de l'état de charge dans le temps. L'utilisation des expressions d'efficacité unitaire se heurte néanmoins à un obstacle de taille, à savoir la connaissance de la charge linéique des fibres.

Les contributions respectives de ces mécanismes à l'efficacité de collecte conduisent, pour tout média fibreux, à un minimum d'efficacité pour des diamètres de particules compris entre 0,1 et 0,5 μm selon les propriétés structurales du filtre. Dans cette zone de plus faible efficacité, appelée MPPS (Most Penetrating Particle Size), les particules sont à la fois trop fines pour être collectées par inertie et interception et trop volumineuses pour rencontrer une fibre par le mouvement brownien. Il est important de noter que, selon les normes en vigueur, la qualification des filtres est réalisée avec un aérosol d'essai dont la distribution granulométrique est centrée sur cette MPPS.

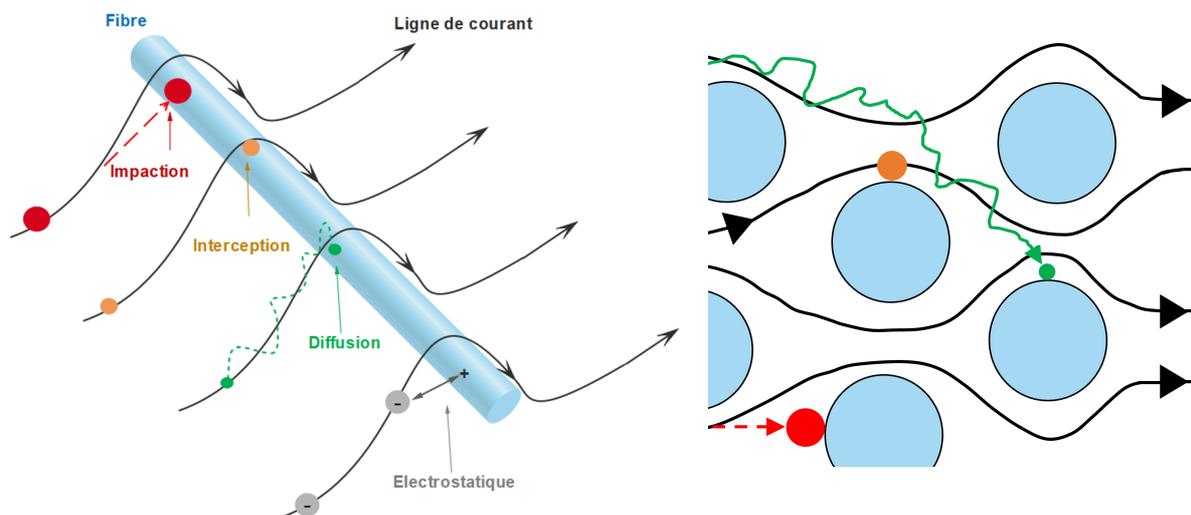


Figure 2.3 : Schéma représentatif des mécanismes de collecte des particules

Les expressions théoriques d'efficacité unitaire sont basées sur des écoulements autour d'arrangements idéaux de fibres et sans prise en compte des hétérogénéités locales inhérentes au procédé de fabrication de telles structures fibreuses. Ces relations, bien que nombreuses dans la littérature scientifique, ne permettent ainsi qu'une estimation de l'efficacité fractionnelle de collecte de par la complexité des écoulements dans un média fibreux. Par ailleurs se pose la question tant du diamètre équivalent de fibre que du diamètre équivalent des particules à prendre en compte dans ces modèles. Ainsi faut-il considérer un diamètre de mobilité pour le mécanisme diffusionnel ? un diamètre volumique pour l'interception ? un diamètre aérodynamique pour l'impaction inertielle ? Des travaux de simulation numérique, actuellement en cours dans l'équipe, devraient permettre de répondre à certaines des interrogations sur les efficacités unitaires de collecte mais également de mettre en évidence les effets de masquage au sein d'une structure fibreuse ou encore de quantifier l'impact des hétérogénéités locales sur chacun des mécanismes de collecte.

2.2. Optimisation du décolmatage des dépoussiéreurs industriels

La génération de particules ultrafines par une grande variété de procédés industriels tels que la combustion, la soudure et la découpe de métaux (perçage, fraisage, ...) impose le développement de systèmes de protection des personnes et de l'environnement adaptés à la spécificité de ces particules à fort pouvoir colmatant. La méthode la plus répandue pour séparer ces particules d'un gaz porteur demeure actuellement les médias fibreux plissés. Ces dispositifs sont initialement très efficaces mais engendrent une forte augmentation de la perte de charge lors de la collecte de particules à grande surface spécifique.

Un décolmatage s'avère donc nécessaire pour détacher le gâteau de filtration et régénérer la surface de filtration. Le décolmatage, consistant à appliquer une force supérieure à la force d'adhésion du gâteau sur le filtre, peut être réalisé par secouage mécanique, inversion du courant d'air ou par injection d'air comprimé (jet pulsé). Il est généralement pratiqué selon le mode « clean on demand » consistant en un déclenchement du décolmatage lorsque la perte de charge atteint une valeur maximale fixée par l'exploitant ; ou selon le mode « clean on time » avec un déclenchement du décolmatage à un intervalle de temps fixe.

Le décolmatage par secouage mécanique, souvent employé pour les filtres à manches, consiste à faire vibrer l'élément filtrant durant quelques secondes à dizaines de secondes. L'accélération résultante du média permet de détacher le gâteau sans toutefois atteindre une efficacité de nettoyage supérieure à 50% (Wang et al., 2004 ; Cao et Orrù, 2014). En plus d'une efficacité limitée, cette méthode peut être à l'origine de problèmes d'étanchéité du fait des efforts mécaniques exercés sur le média. Le principe de l'inversion de courant consiste à injecter un débit de gaz dans le sens opposé à la filtration afin d'entraîner le détachement du gâteau. Cette méthode génère peu de contraintes mécaniques sur les médias ce qui accroît leur durée de vie mais présente en contrepartie de faibles performances. L'efficacité de décolmatage peut néanmoins être améliorée avec la présence d'une couche PTFE en surface (Sievert et Löffler, 1987) ou une masse déposée plus importante à l'origine d'une meilleure cohésion du gâteau de filtration (Clift et Seville, 1993). Le décolmatage par jet pulsé présente l'avantage d'être réalisable online (sans interruption de la filtration) ce qui explique sa forte utilisation au niveau industriel. Divers auteurs (Leith et First, 1977 ; Laminer et al., 2017) se sont intéressés à l'efficacité de décolmatage par jet pulsé. S'ils permettent d'identifier les paramètres d'influence, leurs modèles purement empiriques restent limités aux conditions opératoires étudiées et permettent difficilement de prédire les performances de cette méthode.

Son efficacité de décolmatage dépend en effet de très nombreux paramètres opératoires tels que la pression de l'air comprimé (Li et al., 2015a), la forme et la taille de la buse d'injection (Hau et Leung, 2016 ; Chen et Chen, 2017 ; Shim et al., 2017), la distance buse / média (Qian et al., 2014), le temps d'injection, la nature des particules, la nature et la rigidité du média, ...

En pratique, une régénération quasi-totale de la surface de filtration est recherchée lors de chaque cycle colmatage/décolmatage. Les indicateurs d'efficacité du décolmatage sont ainsi la stabilité de la perte de charge enregistrée après la régénération, dite perte de charge résiduelle, et le temps du cycle. Cependant, des observations de terrain, notamment dans des industries de métallisation, font état d'un colmatage irréversible lors de l'exposition des médias à des nanoparticules métalliques. L'inefficacité du décolmatage des cartouches filtrantes implique leur remplacement régulier et une augmentation drastique des coûts de fonctionnement. Bémer et al. (2015) et Cho et al. (2020) ont aussi observé un décolmatage inefficace des cartouches plissées soumises aux fumées de métallisation.

Dans le cadre d'une collaboration avec l'INRS, l'objectif est d'identifier les paramètres clés à l'origine d'un décolmatage efficace et de proposer des pistes d'amélioration de la régénération des filtres colmatés par des particules nanostructurées. Ce travail a été mené à l'échelle du média pour la compréhension des phénomènes puis à l'échelle d'une cartouche plissée industrielle pour la validation des solutions proposées.

2.2.1. Décolmatage à l'échelle du média

Le média employé au cours du projet, très utilisé industriellement pour la filtration des particules métalliques, est ondulé, à base de cellulose et présente un traitement surfacique consistant en une couche de nanofibres. L'ondulation des médias est une technique très employée pour les cartouches plissées pour aboutir à une augmentation de la surface spécifique de filtration, une meilleure séparation des plis, une augmentation de la rigidité du média et une limitation de sa déformation sous pression (Irvin, 2007). Par ailleurs, cette spécificité du média semble également augmenter les performances de filtration (Becker et Waldenmaier, 2001). Le dispositif développé dans le cadre du doctorant de Khirouni (2021) permet de former un gâteau de particules à la surface d'un média plan et d'étudier son décolmatage par jet pulsé grâce à une buse d'injection et une électrovanne. Le temps et la pression d'injection de l'air comprimé, le nombre de pulses, la masse de gâteau (et par conséquent sa perte de charge) sont autant de paramètres d'influence sur le décolmatage qui peuvent être étudiés sur ce système.

Évaluation de l'efficacité de décolmatage

L'efficacité de décolmatage par jet-pulsé peut être évaluée par rapport à différents critères :

- *Critère de pression* : l'évaluation par rapport à la perte de charge est la plus usitée car la grandeur est facilement mesurable.

$$R_P = \frac{\Delta P_{\max} - \Delta P_r}{\Delta P_{\max} - \Delta P_0} \quad (2.6)$$

avec ΔP_{\max} la perte de charge maximale avant la mise en œuvre du décolmatage, ΔP_r la perte de charge résiduelle (après décolmatage) et ΔP_0 la perte de charge du filtre propre (avant colmatage).

- *Critère de masse* déterminé par pesée du gâteau avant et après décolmatage.

$$R_M = \frac{\text{Masse détachée}}{\text{Masse initiale du gâteau}} \quad (2.7)$$

- *Critère de surface* : l'intégration d'une caméra endoscope en aval du filtre permet la prise de clichés avant et après l'opération de décolmatage. La binarisation et l'analyse des images permettent ainsi d'obtenir la fraction surfacique décolmatée.

$$R_S = \frac{\text{Surface décolmatée}}{\text{Surface totale}} \quad (2.8)$$

L'analyse des données de décolmatage offline sur média plan fait apparaître un écart important selon les critères (Figure 2.4). Des clichés de microscopie mettent en évidence un décolmatage inefficace par plaques (zones décolmatées en bleu sur l'image originelle et en noir sur l'image binarisée), synonyme de la présence d'un gâteau de nanoparticules métalliques extrêmement adhérent à la surface du filtre. Ainsi, seules quelques portions du gâteau sont détachées lors du décolmatage et, lors de la reprise de la filtration, l'air emprunte préférentiellement ces zones de faible résistance. Il en résulte une perte de charge limitée expliquant ainsi une efficacité de décolmatage supérieure à 80% selon le critère de pression. La perte de charge résiduelle ne semble donc pas un critère adéquat et pertinent pour évaluer un décolmatage par plaques. Les essais sur média plan montrent également que l'augmentation de la masse déposée promeut l'efficacité de décolmatage. Ce phénomène s'explique par une meilleure cohésion du gâteau qui facilite son détachement (Sievert et Löffler, 1987 ; Clift et Seville, 1993). A noter que, bien qu'à l'origine d'une légère augmentation de l'efficacité de décolmatage, le passage de 1 à 10 pulses n'est pas une solution envisageable industriellement de par sa consommation importante d'air comprimé.

Des cycles colmatage/décolmatage online sur médias plans colmatés par des masses surfaciques de l'ordre de 3 et 6 g/m² aboutissent également à de faibles efficacités de décolmatage. Le processus de filtration est très instable et se traduit par une augmentation progressive des pertes de charge résiduelles et la réduction des temps de cycle. Le décolmatage partiel par plaques induit une ré-augmentation très rapide de la perte de charge correspondant à la formation d'un gâteau dans les quelques portions préalablement décolmatées.

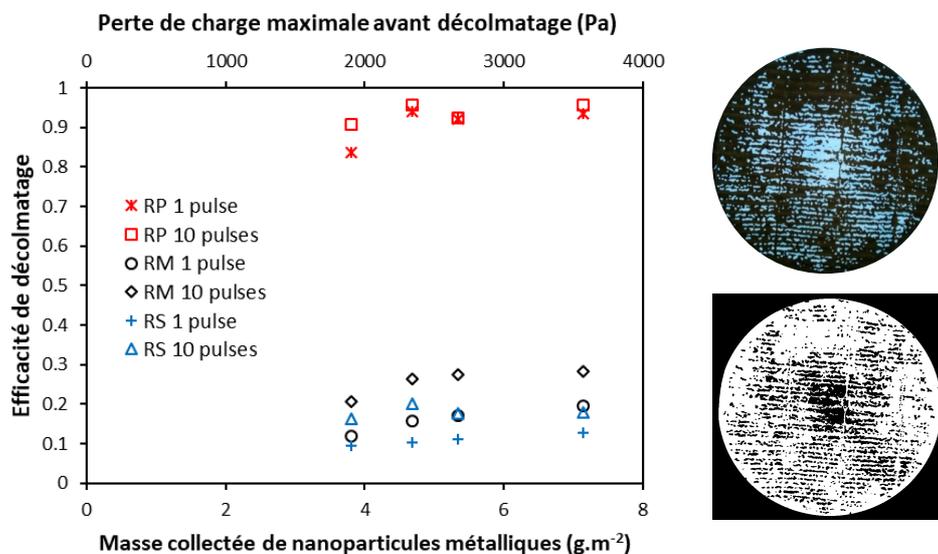


Figure 2.4 : Résultats de l'efficacité de décolmatage d'un filtre exposé à des nanoparticules métalliques (décolmatage à 4 bars, buse de 3 mm et temps d'ouverture de 0,2 s) (Khirouni, 2021)

Vieillessement du gâteau

En fonction des conditions environnementales (température, humidité), de la mise en œuvre du dépoussiéreur sur un procédé continu ou discontinu, des durées de cycles de colmatage/décolmatage (fonction du débit massique de particules à traiter), un gâteau de particules peut être amené à demeurer plus ou moins longtemps et donc à évoluer à la surface du média filtrant. First et Silverman (1963) ont notamment rapporté que le vieillissement du gâteau de filtration, pendant un certain temps, peut rendre le décolmatage plus efficace du fait de l'agglomération des particules, l'adsorption de l'humidité ou la décharge électrique des particules. Cette conclusion, notamment l'influence de l'humidité relative de l'air, est néanmoins à nuancer selon la nature des particules et leur affinité avec les molécules d'eau. L'exposition de gâteaux de filtration à de la vapeur d'eau peut en effet conduire à des situations antagonistes selon l'humidité relative et l'hygroscopicité des particules constitutives du dépôt (Kim et al., 2006 ; Horst et al., 2019). Ainsi un gâteau de particules hygroscopiques exposé à un air dont l'humidité relative est inférieure au point de déliquescence verra sa perte de charge décroître (Montgomery et al., 2015). A contrario, si l'humidité relative de l'air est supérieure au point de déliquescence, les particules constitutives du gâteau sont dissoutes dans l'eau adsorbée ce qui entraîne la formation de films liquides à la surface et dans le média filtrant et par conséquent une augmentation de la perte de charge (comme dans le cas de la filtration d'aérosols liquides). Dans le cas de particules non hygroscopiques, l'adsorption de la vapeur d'eau et les ponts liquides formés entre les particules par condensation capillaire peuvent aussi être à l'origine de la modification de la structure du gâteau (Ribeyre et al., 2017) et de l'accroissement des forces de cohésion entre particules.

L'influence d'une exposition à un air humide a été explorée en détails dans le cas spécifique de gâteaux constitués de nanoparticules métalliques de Zn/Al (Khirouni et al., 2020), pour lesquelles des observations de terrain font état d'un colmatage irréversible. Des gâteaux ont ainsi été stockés sous humidité contrôlée pendant 3 semaines et leurs résistances évaluées régulièrement par des essais de perméation. Si aucune variation significative de la résistance n'est mise en évidence pour une humidité relative de l'ordre de 30%, le vieillissement sous 77% d'humidité est associé à une diminution considérable et progressive de la résistance aéraulique (divisée par 9 après 3 semaines) et donc à une restructuration du gâteau. Cette transformation du dépôt nanostructuré s'accompagne d'un changement de couleur et s'avère irréversible puisqu'un balayage par de l'air sec après vieillissement n'engendre aucune modification de la résistance du gâteau.

Cette observation macroscopique est confirmée par l'observation de ces dépôts au microscope électronique à transmission. L'absence de modification majeure de morphologie entre les agglomérats métalliques frais ou exposés à de l'air sec confirme les résultats de la cinétique où la résistance aéraulique demeure constante en présence d'un air sec (Figure 2.5). L'exposition à des vapeurs d'eau fait par contre apparaître une phase cristalline constituée d'aiguilles. Cette transformation chimique entraîne un changement de morphologie des particules et par conséquent de la porosité et de la structure du gâteau et permet ainsi d'expliquer le changement de résistance aéraulique précédemment observé après vieillissement sous air humide.

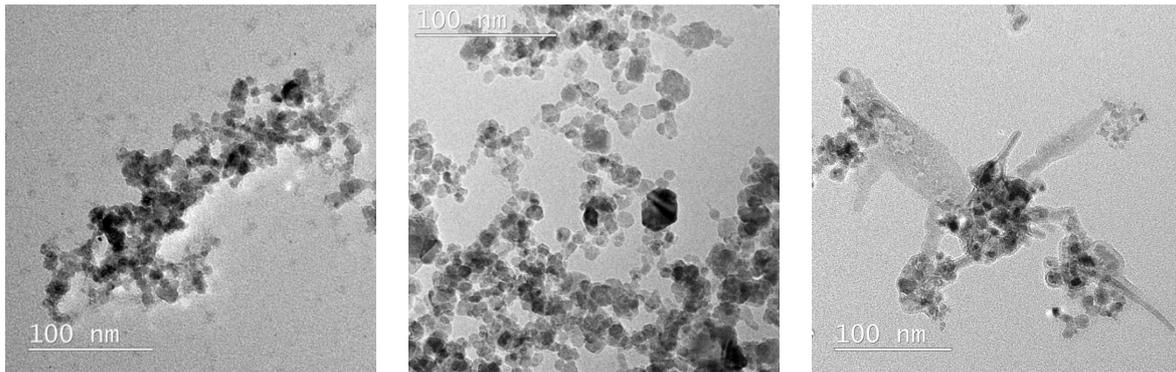


Figure 2.5 : Images MET d'un gâteau frais (gauche) d'un gâteau après vieillissement sous air sec (centre) et d'un gâteau après vieillissement sous air humide (RH = 70 %) (droite) (Khirouni et al., 2020)

Une caractérisation chimique par diffraction des rayons X de dépôts constitués de particules issues de la métallisation d'un alliage Zn/Al montre la formation, en présence d'humidité, d'un hydrocarbonate de zinc, l'hydrozincite $Zn_5(CO_3)_2(OH)_6$. Ce produit classique de la corrosion atmosphérique du zinc formé en présence d'eau et de CO_2 (Graedel, 1989 ; Almeida et al., 2000) est caractérisé par une couleur blanche. Gankanda et al. (2016) ont mis en évidence par microscopie que l'hydrozincite se présente sous une phase cristalline en forme d'aiguilles, similairement à nos observations. La présence de réactions chimiques justifie ainsi l'irréversibilité de la transformation du gâteau de filtration préalablement mise en évidence.

Les conséquences de cette modification du gâteau de filtration ont été évaluées par une mesure de la force d'adhésion des gâteaux à la surface du filtre. La méthode mise en œuvre, dite par inversion de courant, consiste à faire s'écouler de l'air à différentes vitesses à travers le gâteau, dans le sens contraire de la filtration, tout en enregistrant la perte de charge. Ainsi, lorsqu'une vitesse critique est atteinte, une partie du gâteau se détache et la détermination de la perte de charge permet d'accéder à la force d'adhésion (Figure 2.6, gauche). Si, pour un gâteau constitué de particules microniques, la force d'adhésion déduite de cette méthode d'inversion de courant, est au plus de l'ordre de $250 N/m^2$ (Seville et al., 1989 ; Coury et Aguiar, 1995 ; Silva et al., 1999 ; Tanabe et al., 2011 ; Li et al., 2019a ; Xie et al., 2020), elle atteint $950 N/m^2$ pour un gâteau constitué de particules nanostructurées, après un stockage de 15 jours en atmosphère sèche.

Cette force d'adhésion augmente considérablement si le stockage s'effectue en atmosphère plus humide ce qui explique les difficultés de décolmatage. Ces résultats sont d'une grande importance pour l'exploitation des systèmes de filtration industriels car peuvent expliquer les difficultés de décolmatage rencontrés suite au vieillissement et la transformation chimique des dépôts de particules.

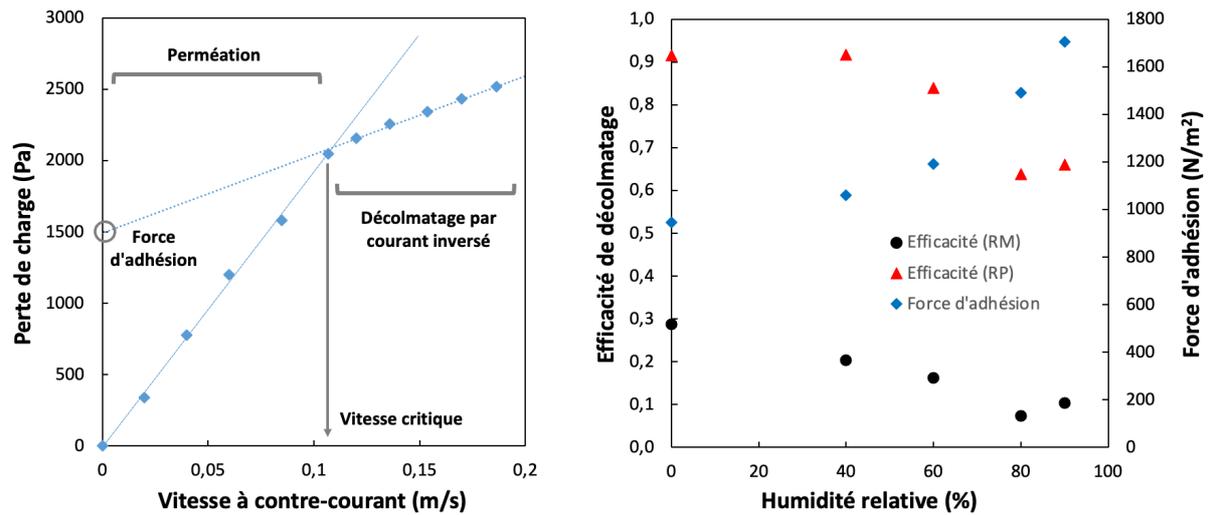


Figure 2.6 : Principe de détermination de la force d'adhésion par la méthode d'inversion de courant (gauche) ; Évolution de la force d'adhésion et de l'efficacité de décolmatage du gâteau de particules nanostructurées selon les conditions de vieillissement (droite)

Amélioration du décolmatage par conditionnement

Au vu de la faible efficacité de décolmatage d'un gâteau de nanoparticules métalliques, qui peut encore se détériorer selon les conditions environnementales (humidité), il est nécessaire d'envisager des solutions d'amélioration de cette opération de décolmatage. En pratique, la forte adhésion des dépôts de particules ultrafines se traduit en effet par un colmatage irréversible des filtres et donc un surcoût économique associé à la nécessité de leur remplacement régulier. De par sa facilité de mise en œuvre, l'intérêt s'est porté vers la technique de précoating consistant à protéger le filtre par l'ajout d'une couche poreuse et perméable de particules microniques, facilement décolmatable (Figure 2.7). Cette méthode, généralement recommandée pour les particules très adhérentes et en présence d'humidité (Peukert et Wadenpohl, 2001), a notamment déjà montré sa pertinence pour la filtration de fumées métallurgiques (Goodfellow et al., 1978). Le principal inconvénient réside dans la nécessité de réappliquer la poudre après chaque cycle colmatage/décolmatage (recommandations pratiques de 150-250 g/m² pour un filtre à manches contre 20-50 g/m² pour une cartouche plissée) ce qui engendre une grande quantité de déchet.

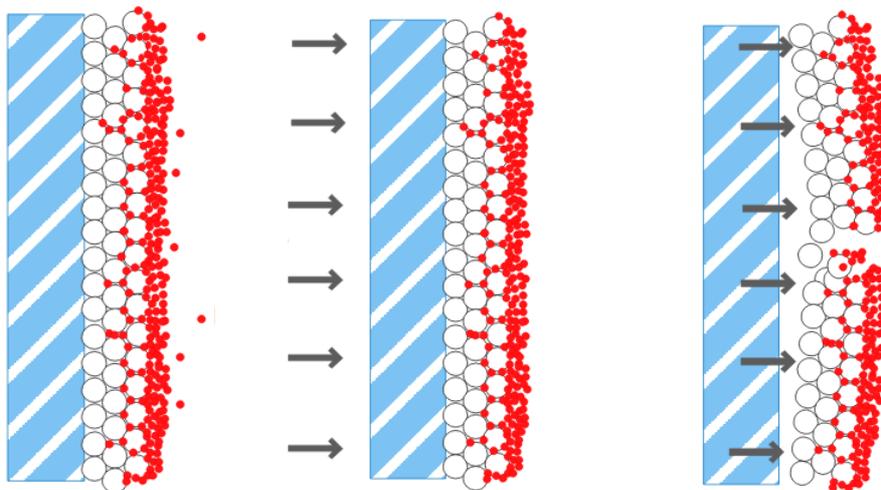


Figure 2.7 : Principe de précoating pour la facilitation du décolmatage de gâteaux de filtration constitués de particules ultrafines

Le matériau mis en œuvre est généralement bon marché, comme le carbonate de calcium (CaCO_3) ou la perlite (roche volcanique composée majoritairement de dioxyde de silicium SiO_2), même si certains auteurs (Hajar et al., 2015) préconisent d’y mélanger du charbon actif pour conférer à la couche des propriétés adsorbantes. Pour réduire le coût de fonctionnement, Schiller et Schmid (2014) soulignent la possibilité de réutiliser le précoating jusqu’à 3 fois sans affecter l’efficacité de décolmatage.

D’autres solutions d’amélioration du décolmatage existent, parmi lesquelles :

- Le post-coating : cette technique consiste à injecter des particules fines sur un gâteau préformé pour augmenter les forces de cohésion entre particules ainsi que la résistance du dépôt et ainsi faciliter son détachement (Zhang et Schmidt, 2011) ;
- L’humidification : l’injection de gouttelettes d’eau ou de vapeur d’eau favorise la formation de ponts liquides à l’origine d’une restructuration du gâteau et d’une diminution de la perte de charge (Zhang et al., 2016 ; Li et al., 2017). Cette méthode permet ainsi de réduire la fréquence de décolmatage même si l’on peut imaginer que la pertinence de sa mise en œuvre est très liée aux caractéristiques des particules constitutives du gâteau (hydrophilicité).

Le conditionnement du filtre représente ainsi une solution d’amélioration des performances de régénération. Cependant, les données expérimentales manquent encore afin d’optimiser l’utilisation de ces méthodes. La technique de précoating, qui représente probablement la solution la plus simple à mettre en œuvre dans les sites d’activités métallurgiques, a ainsi été étudiée afin de mettre en évidence son apport lors du décolmatage de filtres plans colmatés par des nanoparticules.

Application de la couche de précoating

D’un point de vue opérationnel, les deux critères d’importance sont la taille des poudres de précoating et l’épaisseur appliquée. La distribution granulométrique des particules ne doit pas être trop fine pour jouer son rôle de facilitateur de décolmatage, quant à la couche de précoating, elle doit être suffisamment épaisse pour protéger la surface du média mais suffisamment fine pour limiter la perte de charge et la quantité de déchets formée. Les poudres mis en œuvre dans le cadre du projet collaboratif avec l’INRS sont du carbonate de calcium (CaCO_3), du dioxyde de silicium (SiO_2) et une poudre récupérée dans la trémie du cyclone placé en amont du dépoussiéreur et donc constituée de particules microniques de même composition que les particules métalliques nanostructurées à traiter. L’utilisation de ces particules métalliques comme précoating permet ainsi de valoriser un déchet. De prime abord, nous pouvons supposer que la couche de précoating assurera une protection optimale de la surface du média lorsque son efficacité sera proche de l’unité. Ainsi l’ensemble des nanoparticules seront collectées en surface et dans la profondeur de cette couche, faisant office de lit granulaire, et ne viendront pas colmatées de façon irréversible le média fibreux. Pour ce faire, une masse surfacique de 20 à 50 g/m^2 , quelle que soit la poudre, semble suffisante pour obtenir une perméance négligeable vis-à-vis de particules nanostructurées (Khirouni, 2021) ; cette quantité étant bien évidemment fonction de la masse volumique du précoating. L’épaisseur de la couche de précoating a été déterminée par trigonométrie laser, méthode consistant à mesurer le déplacement d’une nappe laser à la surface d’un gâteau en construction. Un logiciel spécifiquement développé dans une étude précédente (Ribeyre, 2015) analyse les images prise au cours de la formation de la couche et permet d’en déterminer l’épaisseur. Ainsi les masses surfaciques permettant d’obtenir une efficacité de la couche proche de l’unité correspondent à une épaisseur de l’ordre de la centaine de micromètres ce qui semble plus raisonnable que l’épaisseur minimale de 1 mm préconisée par certains auteurs (Schmidt et Löffler, 1990 ; Schmidt et Pilz, 1995). Des couches de précoating d’épaisseur réduite permettent ainsi de limiter la perte de charge à des valeurs entre 50 et 200 Pa, pour les poudres et les masses surfaciques mises en œuvre dans le cadre de cette étude.

Tester la pertinence de l'application d'une couche de précoating a nécessité le dimensionnement et la mise en place d'un banc d'essais spécifique au colmatage de filtres plans. Sans précoating et sans surprise, l'évolution de la perte de charge en fonction de la masse collectée de nanoparticules métalliques est linéaire indiquant la formation d'un gâteau en surface du filtre (Figure 2.8). Si la présence de précoating à la surface du média fibreux engendre une augmentation de la perte de charge avant même la filtration des nanoparticules, la présence de cette couche est à l'origine non seulement d'une augmentation de l'efficacité mais également d'une réduction de la cinétique de colmatage. En effet, la filtration en profondeur dans la couche de précoating permet de retarder la filtration en surface du média fibreux. Plus l'épaisseur du précoating est importante, plus la probabilité pour les nanoparticules d'atteindre la surface du filtre diminue et plus le volume disponible pour la collecte des nanoparticules en profondeur augmente ce qui retarde d'autant la nécessité de décolmatage. Ainsi, pour une même perte de charge finale, la masse de nanoparticules collectée peut devenir jusqu'à deux ou trois fois plus importante qu'en absence de la couche de précoating. L'épaisseur de précoating doit néanmoins être limitée pour des raisons évidentes de coûts liés à l'achat de poudre et à l'élimination des déchets. Pour une application industrielle, un compromis doit donc être trouvé entre la quantité de précoating et la périodicité de son application.

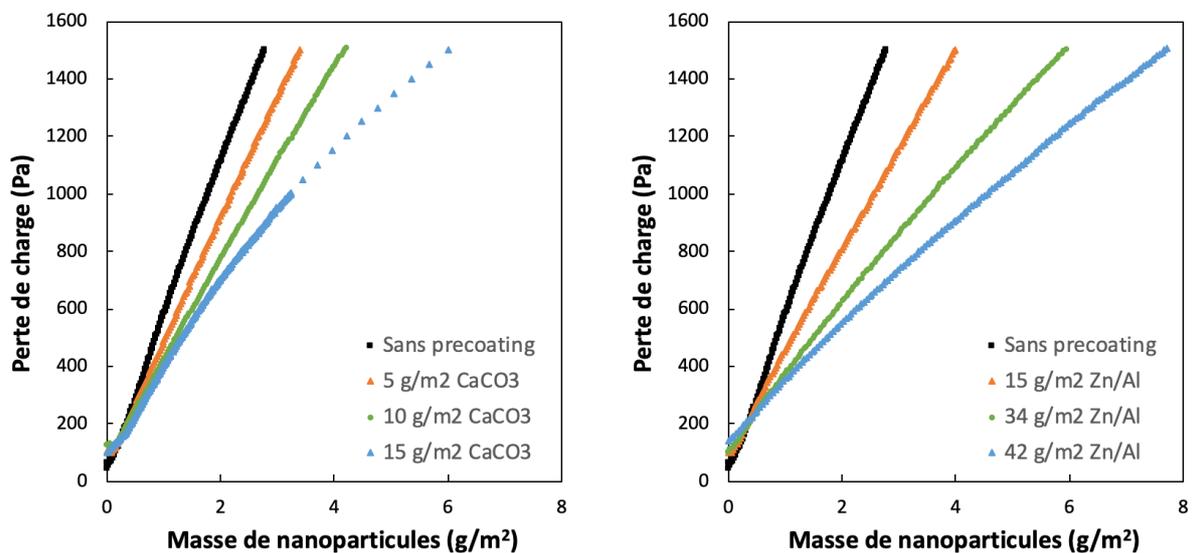


Figure 2.8 : Évolution de la perte de charge durant le colmatage par des nanoparticules métalliques

Efficacité de décolmatage en présence de précoating

L'évaluation de l'apport du précoating sur l'efficacité de décolmatage a été réalisé pour différentes valeurs de perte de charge avant décolmatage (i.e. masses de nanoparticules collectées), pressions d'air de décolmatage pour un temps d'ouverture de l'électrovanne de 200 ms et masses surfaciques de précoating déposées avant la filtration des particules métalliques (Figure 2.9). Quelle que soit la poudre, de faibles masses de précoating permettent certes d'assurer un meilleur décolmatage qu'en absence de précoating où l'efficacité atteint au maximum 20%, mais sans toutefois atteindre des efficacités satisfaisantes. En effet, si la couche n'est pas suffisamment épaisse pour protéger la couche filtrante, des nanoparticules seront collectées en surface de la structure fibreuse et rendront difficile le décolmatage au vu des fortes forces d'adhésion. En toute logique, l'épaisseur (et donc la masse surfacique) préalablement identifiée comme suffisante pour atteindre une efficacité de collecte de la couche de l'ordre de l'unité permet de limiter la pénétration des nanoparticules et d'élever l'efficacité massique de décolmatage au-delà de 80%.

La masse de nanoparticules collectées avant décolmatage permet la promotion des forces de cohésion au sein de la couche favorisant ainsi son détachement (Zhang et Schmidt, 2011). Enfin, la présence de précoating permet d'envisager une réduction de la consommation d'air comprimé par diminution de la pression de décolmatage.

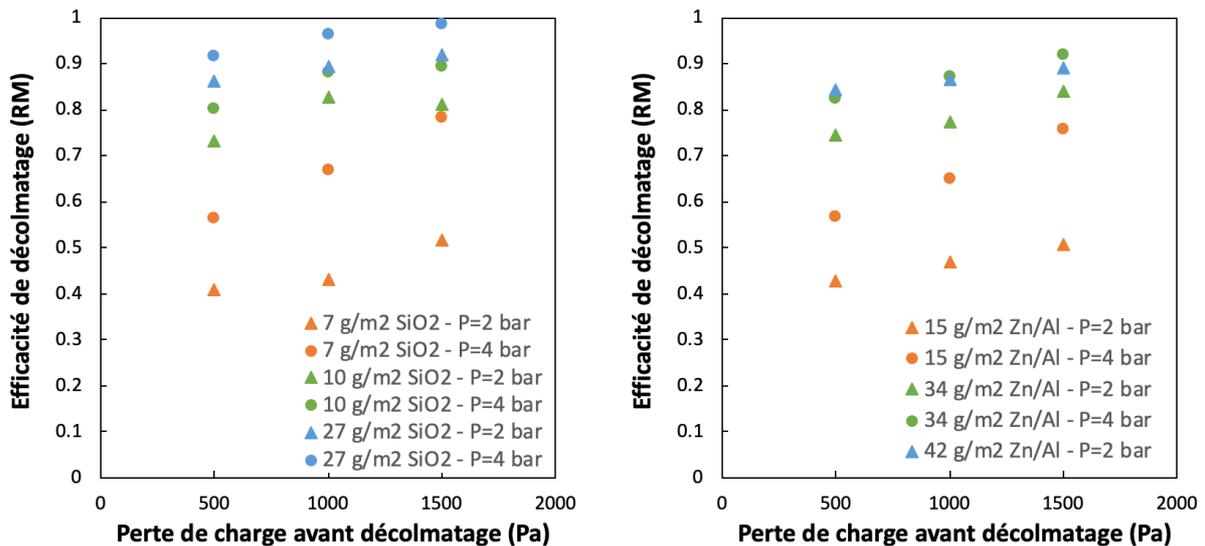


Figure 2.9 : Évolution de l'efficacité massique de décolmatage selon la masse surfacique de précoating, la pression d'air de décolmatage et la masse de nanoparticules collectées

Si l'ajout d'une couche de précoating améliore sans conteste l'efficacité de décolmatage, il est important d'éprouver cette technique au cours de cycles colmatage/décolmatage sur filtres plans. Comme escompté, l'application de la couche de précoating est à l'origine d'une amélioration drastique de l'efficacité de décolmatage (Figure 2.10). Il semble néanmoins nécessaire d'appliquer le précoating à chaque cycle pour limiter l'augmentation de la perte de charge résiduelle et la réduction du temps de cycle, conséquences d'une mauvaise protection de la surface du média fibreux. Aucune différence significative sur la stabilité du processus de filtration (temps de cycle et efficacité de décolmatage) n'a été mise en évidence entre des expériences menées à 3 et 8 cm/s. D'un point de vue industriel, opérer à des vitesses supérieures sur les systèmes de filtration peut s'avérer intéressant car à l'origine de la réduction de la surface de filtration (à débit constant), et par conséquent des coûts d'investissement. Il faut cependant noter que cette augmentation de la vitesse de filtration sera associée à une diminution de l'efficacité de collecte des nanoparticules par diffusion brownienne qui pourrait être compensée par une légère augmentation de la masse surfacique de précoating.

L'application d'un précoating sur un média fibreux est une solution plus que prometteuse pour pallier les problèmes liés à la filtration de particules nanostructurées. Cette méthode permet en effet non seulement d'accroître l'efficacité de décolmatage (à pression réduite) mais également de réduire la cinétique de colmatage et la pénétration des particules dans le média fibreux. La preuve de concept démontrée sur filtres plans et des pilotes de laboratoire, il est nécessaire de valider et de vérifier l'applicabilité de cette solution dans des conditions réelles, à savoir sur une cartouche plissée industrielle.

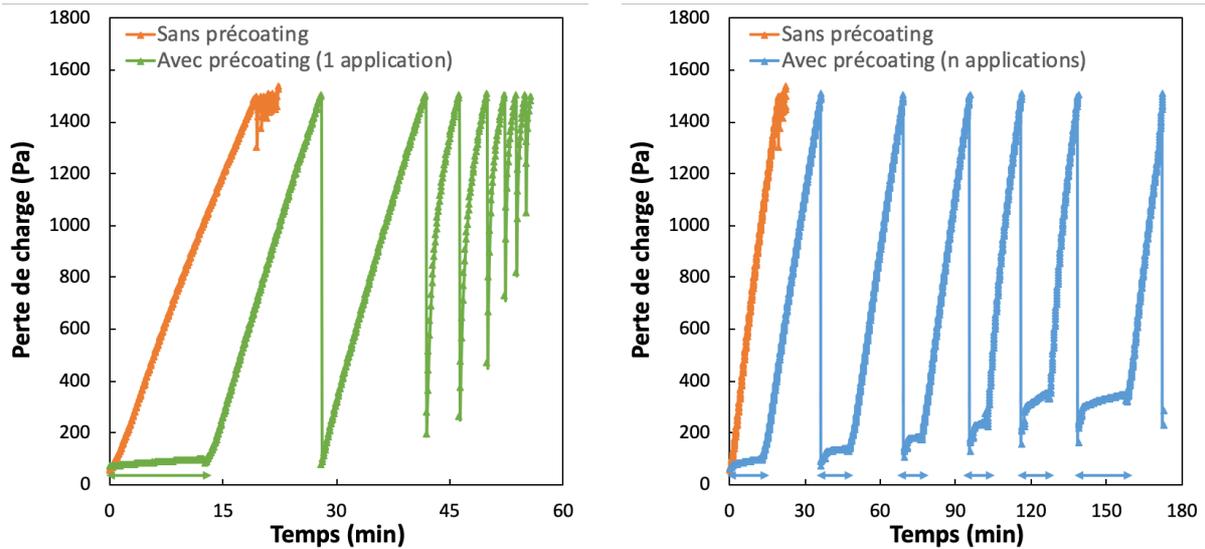


Figure 2.10 : Cycles colmatage / décolmatage de filtres plans selon l'application du précoating (24 g/m² de poudre de SiO₂ ; pression de décolmatage fixée à 1500 Pa)

2.2.2. Décolmatage de cartouches plissées

Les cartouches plissées, de par l'importante surface mise en œuvre dans un volume restreint, sont très répandues industriellement pour la séparation gaz/solide. Le plissage d'une cartouche, caractérisé par le ratio entre la hauteur du pli et sa longueur (aussi appelée pas), est un paramètre clé dans le processus de filtration. L'augmentation de ce ratio, et donc du nombre de plis, accroît la surface de filtration mais s'accompagne d'une augmentation de la perte de charge (Del Fabbro et al., 2002) et d'une diminution de l'efficacité de décolmatage par jet pulsé (Lo et al., 2010 ; Kim et Lee, 2019 ; Li et al., 2019b). Ce dernier paramètre peut être optimisé par modification de la forme du pli (Chen et al., 2017), l'ajout d'un cône à l'entrée de la cartouche pour homogénéiser la répartition des champs de pression (Li et al., 2015b ; Qiu et al., 2021) ou encore la modification du dispositif d'injection de l'air comprimé (Bémer et al., 2015 ; Li et al., 2019c ; Cho et al., 2020). Comme mis en évidence sur médias plans, le précoating peut s'avérer une solution viable pour surmonter les difficultés de décolmatage rencontrées avec les cartouches plissées. Ainsi une cartouche plissée a été installée sur un pilote expérimental présent à l'INRS et exposée au même aérosol de nanoparticules métalliques que les médias plans (Figure 2.11).

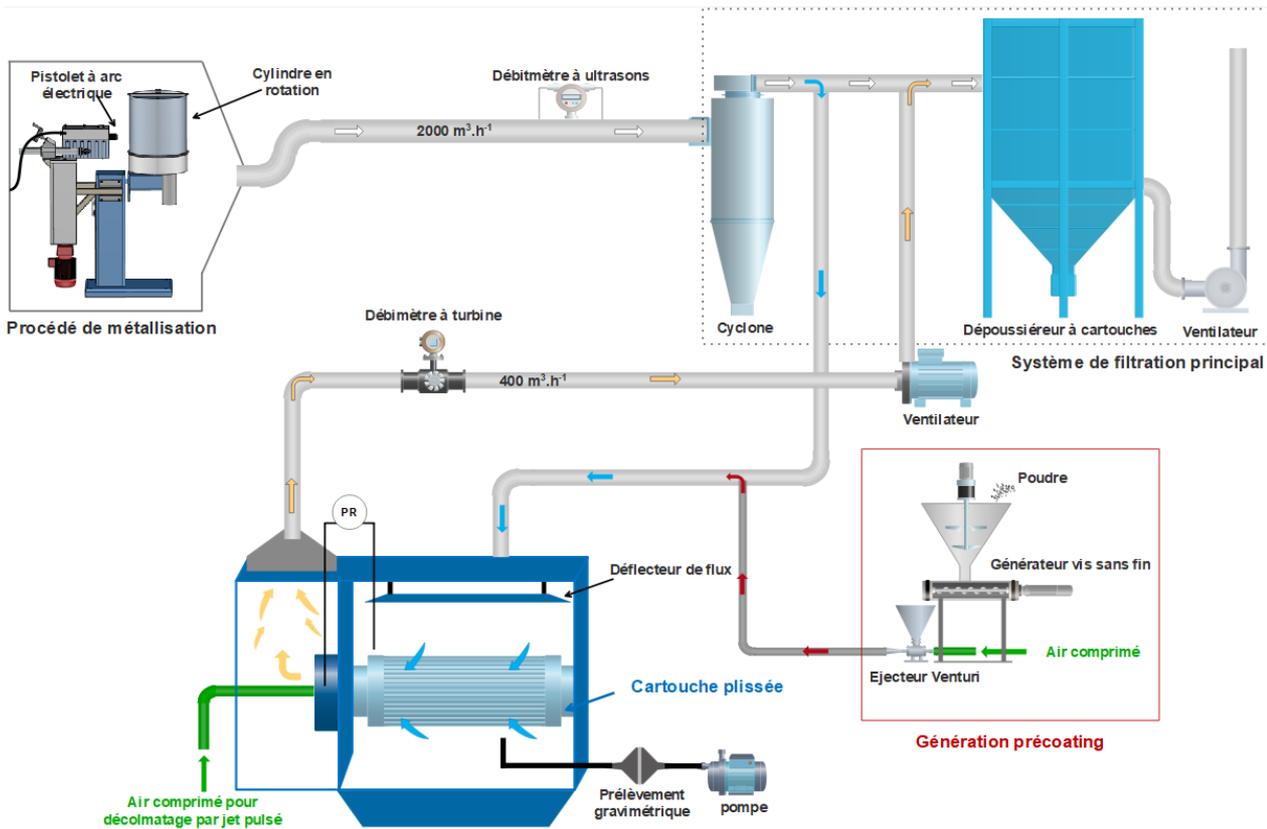


Figure 2.11 : Pilote expérimental pour l'évaluation des performances d'une cartouche plissée

Des cartouches, constituées du même média que les filtres plans, ont été réalisées sur mesure par un acteur de la filtration industrielle avec différents ratios de plissage (rapport entre la hauteur et la largeur du pli). Chaque type de cartouches a été fourni avec ou sans présence d'un prétraitement surfacique sous forme d'un ajout d'une couche de nanofibres.

Tableau 2.4 : Caractéristiques des cartouches plissées

	Ratio de plissage			
	1	2	3	6
Nombre de plis	30	56	83	170
Surface de filtration (m ²)	1,5	2,8	4,2	8,5
Vitesse de filtration (m/s)	7,4	3,9	2,6	1,3



Ces différentes cartouches ont été soumises à des cycles de colmatage par des nanoparticules métalliques puis décolmatage (Figure 2.12). Il est essentiel de noter que le pilote fonctionne à débit constant et que par conséquent les ratios de plissage des cartouches impliquent des vitesses de filtration variables.

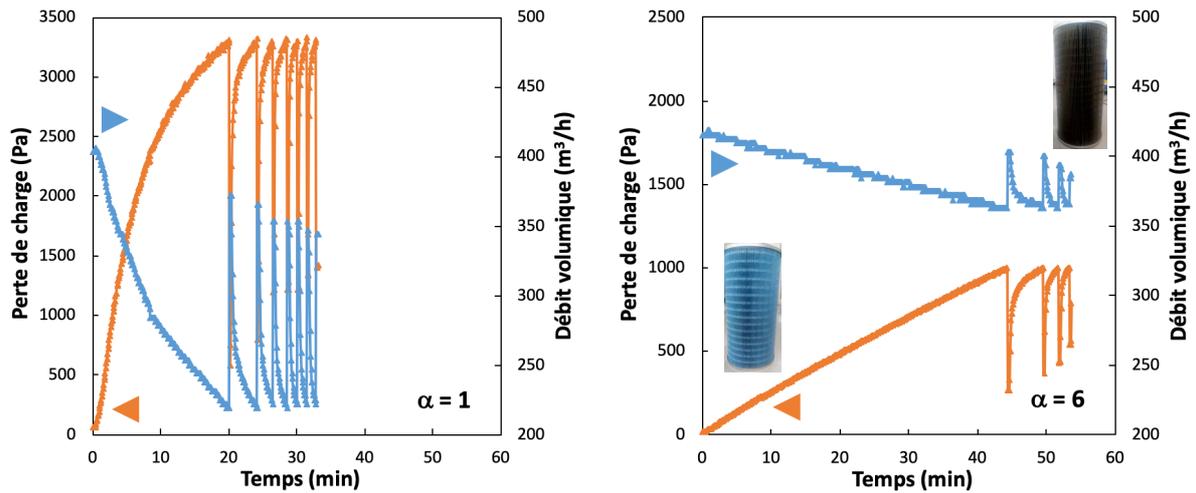
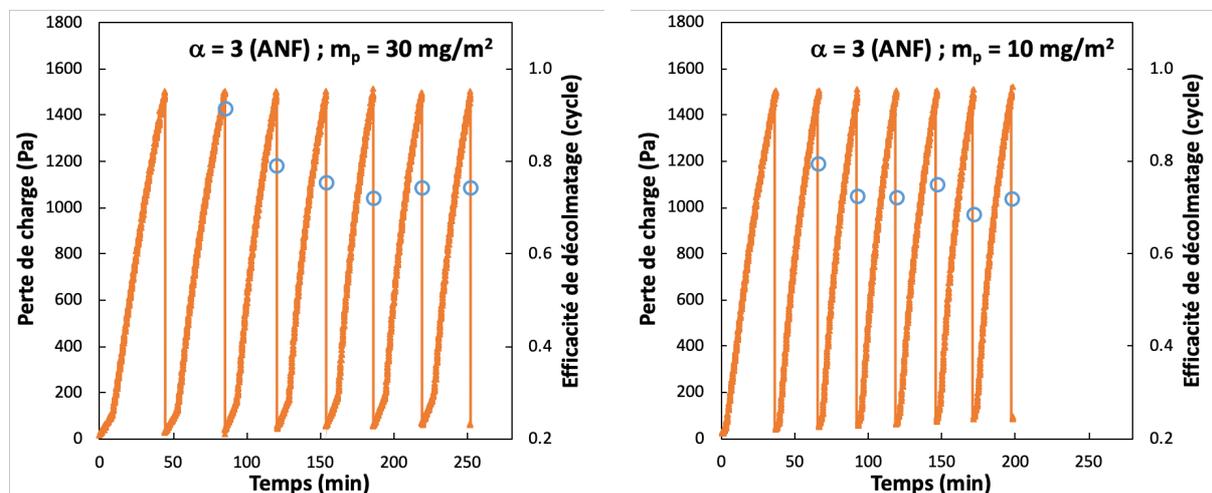


Figure 2.12 : Évolution de la perte de charge et du débit durant les cycles colmatage/décolmatage pour les différentes cartouches (avec couche de nanofibres) pour une pression de décolmatage de 6 bars.

Les expériences mises en œuvre confirment les résultats sur filtres plans avec des cycles de filtration extrêmement instables quel que soit le ratio de plissage. La réduction significative du temps de cycle et l'augmentation de la perte de charge résiduelle au cours des cycles sont caractéristiques d'un décolmatage inefficace par plaques et ce malgré des conditions de décolmatage favorables à une bonne efficacité de détachement du gâteau (décolmatage offline avec une pression de 6 bars et 4 pulses successifs). Comme sur filtre plan, l'évaluation de l'efficacité de décolmatage par un critère de pression (équation 2.6) aboutit à des valeurs de l'ordre de 60%, en contradiction avec les observations visuelles. Les critères de masse et de surface étant difficilement accessibles sur cartouches, évaluer l'efficacité de décolmatage par rapport au temps de cycle semble une approche pertinente. Ce critère temporel, défini comme le temps d'un cycle divisé par le temps du premier cycle, n'excède pas les 15% malgré les conditions extrêmes de décolmatage.

L'application d'une couche de précoating a ainsi été mise en œuvre pour pallier cette faible efficacité de décolmatage de cartouches filtrantes exposées à des nanoparticules métalliques. Un cycle de colmatage/décolmatage d'une cartouche consiste en l'injection d'une masse surfacique de précoating (sans filtration de nanoparticules); la filtration des nanoparticules métalliques (sans ajout supplémentaire de précoating) et le décolmatage offline de la cartouche à une pression d'air comprimé de 6 bars.



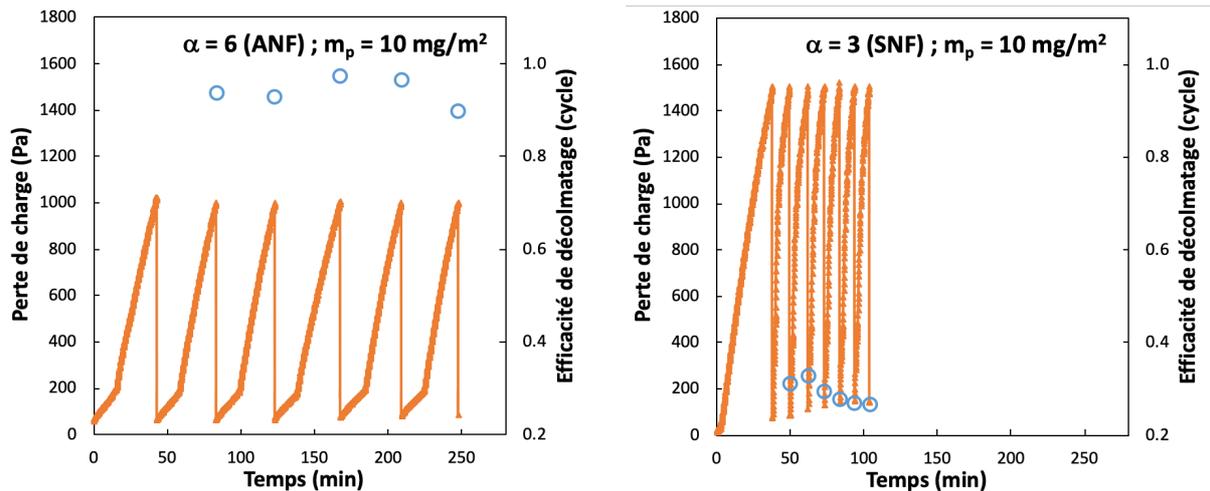


Figure 2.13 : Évolution de la perte de charge (trait plein) et de l'efficacité de décolmatage (marqueurs) durant les cycles colmatage/décolmatage pour des cartouches avec (ANF) ou sans (SNF) couche de nanofibres, différents ratios de plissage et des masses surfaciques de précoating variables

La présence d'une couche de nanofibres semble indispensable pour assurer une bonne efficacité de décolmatage au cours des cycles, sans doute en limitant la collecte irréversible de particules dans la profondeur du média (Figure 2.13). Par ailleurs, le ratio de plissage ne semble pas affecter les performances de décolmatage. Cette observation peut permettre aux industriels de compenser le surcoût lié à l'injection de précoating par une réduction du nombre de cartouches ; diminution d'autant plus importante que des essais sur filtres plans ont mis en évidence la possibilité de travailler à vitesse de filtration plus importante. Pour les cartouches avec nanofibres, une réduction de la masse de précoating semble de surcroît possible. Si l'efficacité de décolmatage n'est pas affectée, une couche plus fine est néanmoins à l'origine d'une réduction du temps de cycle. En effet, au vu de la grande surface spécifique des nanoparticules, le gâteau (constitué de précoating et de nanoparticules) sera plus résistant si la proportion de particules microniques décroît ($m_p = 10 \text{ mg/m}^2$).

Si les résultats sont prometteurs, l'injection de précoating avant la filtration des nanoparticules est difficilement applicable industriellement de par la nécessité d'arrêter périodiquement et systématiquement la ventilation. L'application du précoating en cours de filtration semble plus judicieuse pour assurer un processus continu sans nécessité d'interruption de la génération de nanoparticules et/ou de l'injection de précoating. Même si ce mode d'application du précoating permet d'augmenter le temps de cycle (comparativement à la filtration de nanoparticules seules), la perte de charge résiduelle demeure importante (Figure 2.14). Malgré une pression d'air comprimé importante (6 bars), l'efficacité du décolmatage online, n'excède pas les 40% ce qui limite l'intérêt de l'injection du précoating. Par ailleurs, la présence de plis plus fermés ($\alpha=6$) détériore davantage l'efficacité de décolmatage dans cette configuration. Une absence ou une moindre épaisseur de précoating localement de par la plus grande surface filtrante pourrait expliquer ce phénomène. Une nouvelle campagne de mesures sur cartouches plissés, non réalisée par manque de temps et de cartouches disponibles, mériterait d'être menée pour confirmer les observations et optimiser davantage les conditions opératoires de la régénération online (pression d'air de décolmatage, durée et nombre de pulses, localisation des buses d'injection, ...).

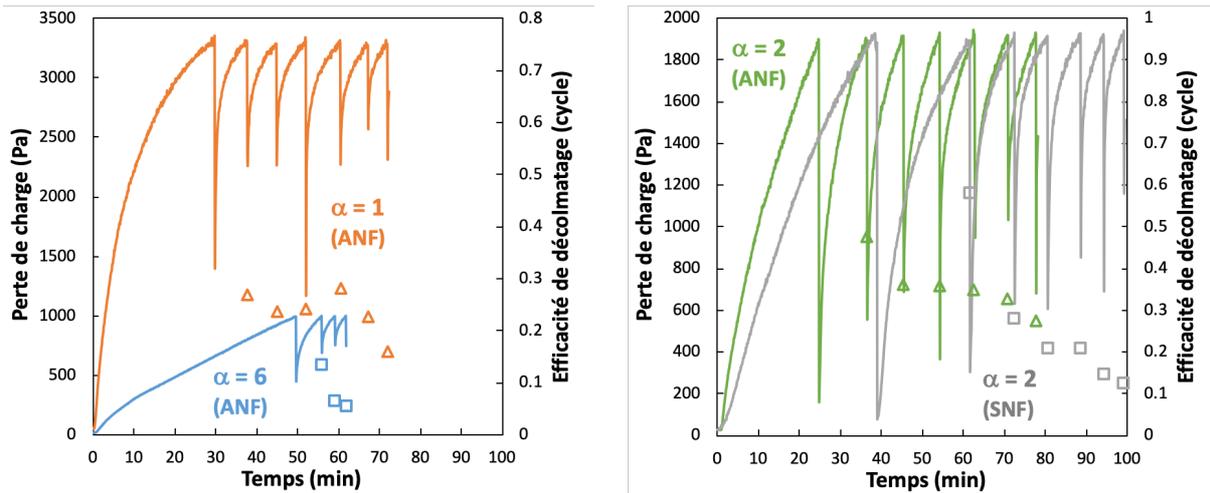


Figure 2.14 : Évolution de la perte de charge (trait plein) et de l'efficacité de décolmatage (marqueurs) pour des cartouches avec (ANF) ou sans (SNF) couche de nanofibres et différents ratios de plissage.

2.2.3. Conclusion sur le décolmatage

Face à la difficulté voire l'impossibilité de décolmatage des médias exposés à des particules nanostructurées métalliques, la technique du précoating s'avère être une solution crédible pour limiter la forte adhésion du gâteau de filtration formé. Cette méthode s'avère d'autant plus nécessaire si les particules métalliques subissent une réaction chimique en conditions humides. L'application d'une poudre protectrice de précoating permet ainsi de grandement accroître l'efficacité du décolmatage, surtout en présence d'une couche de nanofibres en surface du média, et d'éviter un remplacement régulier et onéreux des cartouches. Si le présent travail expérimental, réalisé en collaboration avec l'INRS, a permis de mettre en évidence quelques-uns des paramètres influant sur l'efficacité de décolmatage des cartouches plissées par jet pulsé, une étude paramétrique plus spécifique reste nécessaire pour optimiser ces paramètres-clés et aboutir à une solution permettant de réduire la quantité de poudre (et donc de déchets) mise en œuvre, le coût d'investissement (taux de plissage), le coût de fonctionnement (quantité d'air comprimé consommée) tout en maintenant de bonnes performances de décolmatage. L'accent devra principalement être mis sur les modes d'injection du précoating et de décolmatage de façon à s'adapter aux contraintes industrielles, notamment la nécessité de maintenir le débit de filtration en continu.

2.3. Optimisation de la capacité de rétention

Les filtres très haute efficacité (THE) sont largement mis en œuvre tant dans les installations de ventilations dans les domaines médicaux, pharmaceutiques ou nucléaires, que le traitement de l'air intérieur dans les moyens de transport (automobiles, avions, ...), etc. En complément de leur haute efficacité, ces filtres, généralement non régénérables, doivent posséder une durée de vie (et donc une capacité de rétention) la plus importante possible pour limiter la fréquence de leur remplacement.

Comme l'efficacité des filtres est inversement proportionnelle au diamètre des collecteurs (i.e. des fibres), une solution d'amélioration des performances consiste à développer des médias constitués de fibres ayant un diamètre inférieur à 500 nm. Ces nanofibres, généralement produites par électrospinning (Barhate et Ramakrishna, 2007), présentent ainsi l'avantage de développer une surface de collecte importante. Toutes choses égales par ailleurs, ces nanofibres génèrent cependant une perte de charge supérieure aux microfibrilles, même en régime de glissement. Ainsi dans la plupart des applications, seule une fine couche de nanofibres de haute efficacité est ajoutée à une couche de microfibrilles offrant la résistance mécanique à l'ensemble. Dans cette optique, Wang et al. (2008) ont examiné les performances initiales de médias bicouches constitués de micro- et de nanofibres monodispersées. La détermination du facteur de qualité pour des propriétés variables de couches (en termes de compacité, épaisseur, diamètre des fibres) ont ainsi mis en évidence qu'une augmentation d'épaisseur et de compacité de la couche de nanofibres engendre de meilleures performances pour les particules de diamètre supérieur à 100 nm et des résultats inverses pour les particules de taille inférieure à 100 nm. Par ailleurs, accroître le diamètre des nanofibres conduit à de meilleures performances pour les particules de diamètre inférieur à 100 nm et des performances dégradées pour les particules de taille supérieure à 100 nm.

Cependant, la détermination de l'efficacité et de la perméabilité initiales n'est pas suffisante pour conclure sur les meilleures propriétés caractéristiques d'un filtre. Il est en effet indispensable d'investiguer l'influence de ses propriétés sur l'évolution des performances au cours du colmatage d'un média fibreux. Dans cette perspective, Przekop and Gradon (2008) ont développé un modèle permettant d'estimer les évolutions temporelles des performances de filtres constitués d'une couche de nanofibres placée en amont d'une couche de microfibrilles. Le meilleur facteur de qualité est obtenu pour les plus fines fibres nanométriques et microniques testées mais une détérioration des performances est observée au cours du colmatage. Les auteurs mettent également en évidence qu'une répartition homogène des nanofibres à la surface du média est à l'origine de meilleures performances de filtration. En effet, en cas d'hétérogénéités d'épaisseur, le gaz a tendance à s'écouler préférentiellement à travers les zones les moins résistantes de la couche de nanofibres ce qui conduit à une détérioration des performances. Dans une optique de limitation des hétérogénéités, Zhang et al. (2010) préconisent ainsi l'utilisation de plusieurs fines couches de nanofibres. Globalement, la solution consistant à ajouter, à une couche de microfibrilles, une fine couche de nanofibres permet d'augmenter substantiellement l'efficacité de collecte mais pas de contrer l'augmentation de la perte de charge (et donc de consommation énergétique) au cours du colmatage du filtre.

Une solution envisageable pour réduire cette augmentation de perte de charge est une meilleure distribution des particules collectées au sein du média fibreux. En effet, plus la masse de particules collectées occupera un volume poreux de filtre important, plus la résistance à l'écoulement sera réduite. Leung et al. (2009) ont suivi l'évolution temporelle des performances de filtres bicouches vis-à-vis de particules submicroniques de NaCl. Ils ont notamment mis en évidence que le placement de la couche de microfibrilles en amont de la couche de nanofibres induit un dépôt plus homogène des particules au sein du média et donc une cinétique plus lente de croissance de la perte de charge.

La spécificité des nanoparticules, en termes de morphologie et de taille, engendre, pour une même quantité de particules collectées par unité de surface, une augmentation plus rapide de la perte de charge durant le colmatage que pour des particules submicroniques ou microniques (Thomas et al., 2017). Cela réduit considérablement leur durée de vie et rend encore plus importante une optimisation de la capacité de rétention des médias fibreux. Comme la mise en œuvre de nanofibres présente un risque sanitaire (Schinwald et al., 2012 ; Wick et al., 2011) et d'acceptabilité sociétale, une approche peut consister en une association en série de couches de microfibrilles de propriétés variables (Charvet et al., 2018).

2.3.1. Approche expérimentale

Le colmatage d'un média fibreux ou de l'association en série de médias fibreux (cf. caractéristiques dans le Tableau 2.5) est assuré par un générateur Palas® GFG 1000 produisant des particules nanostructurées de graphite par évaporation/condensation. Lors de la mise en œuvre d'associations de médias en série, le filtre très haute efficacité THE (nommé A) est systématiquement placé en aval d'un filtre moyenne efficacité (ME) de façon à favoriser la filtration en profondeur dans le milieu fibreux en amont.

Tableau 2.5 : Principales caractéristiques des médias fibreux testés

	Médias fibreux					Méthode de mesure
	A	B	C	D	E	
Diamètre moyen des fibres d_f (μm)	1,6	5,1	2,2	26,8	16,9	MEB
Matériau	verre	verre	PP	PET	PET	-
Compacité moyenne α (-)	0,076	0,074	0,050	0,241	0,217	MTL
	-	0,069	0,048	0,284	0,254	MI
Épaisseur Z (μm)	411	373	387	606	422	MTL
	-	367	401	681	602	MI
Perte de charge à 2,5 cm/s (Pa)	147,0	6,3	7,0	3,2	5,2	-
Symbole						-

PP : Polypropylène

PET : Polyéthylène téréphtalate

MEB : Analyse de clichés de microscopie électronique à balayage

MTL : Méthode de trigonométrie (Ribeyre et al., 2017)

MI : Méthode d'imprégnation (Bourrous et al., 2014)

Les concentrations fractionnelles en nombre ($C_{n,i}$) mesurées en amont et en aval du filtre par un SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer, long DMA 3081 TSI® + CPC 3776 TSI®) permettent d'avoir accès à l'évolution temporelle de la masse totale de particules collectées par unité de surface de filtre (Charvet et al., 2014). Comme les particules de graphite sont des agglomérats non sphériques, le diamètre équivalent en volume diffère du diamètre équivalent en mobilité électrique mesuré par le SMPS.

La densité effective, définie comme le ratio de la masse de l'agglomérat et de son volume équivalent en mobilité électrique, est ainsi nécessaire pour convertir le diamètre équivalent en volume en diamètre équivalent en mobilité électrique et par conséquent déterminer les concentrations fractionnelles en masse (Charvet et al., 2014). Comme les distributions granulométriques ne sont mesurées que de façon intermittente (toutes les 30 minutes en début d'expérience puis toutes les heures), l'évolution temporelle de l'efficacité fractionnelle en masse a été ajustée par une loi mathématique de façon à pouvoir calculer la masse totale de particules collectées par unité de surface de filtre pour chaque pas de temps. Une mesure gravimétrique en fin d'expérience permet de comparer cette masse collectée calculée avec la masse réelle de particules déposées sur le ou les filtres.

Performances des filtres individuels

Une représentation en termes de résistance à l'écoulement, et non de perte de charge, a été privilégiée pour permettre la comparaison des expériences réalisées à différentes vitesses de filtration (2,5 et 3,8 cm/s). La résistance à l'écoulement est ici définie comme le ratio entre la perte de charge du filtre (ΔP) et le produit de la vitesse de filtration (U_f) par la viscosité dynamique du gaz (μ). Cette résistance correspond par conséquent au ratio de l'épaisseur (Z) et de la perméabilité (κ) du filtre ou de l'association de filtres.

$$R = \frac{\Delta P}{U_f \cdot \mu} = \frac{Z}{\kappa} \quad (2.9)$$

Pour les filtres moyenne efficacité, trois phases peuvent être distinguées au cours de l'évolution temporelle de la résistance (cf. Figure 2.15). Dans les premiers temps du colmatage, la collecte des particules dans la profondeur du média fibreux induit une faible modification des caractéristiques du média et donc une lente augmentation de la perte de charge. S'en suit une phase dite de transition caractérisée par une croissance exponentielle de la perte de charge due à l'apparition progressive d'un dépôt à la surface du filtre même si certaines particules sont encore collectées dans la profondeur du média. Enfin, la phase de filtration en surface se caractérise par une évolution linéaire de la perte de charge de par l'augmentation constante de l'épaisseur du gâteau. La linéarité souligne que la compacité du gâteau reste constante au cours du colmatage et donc qu'aucune compression du gâteau n'est observable.

Les filtres B et C, aux propriétés similaires, présentent des évolutions de la résistance à l'écoulement quasi identiques et d'autant plus lentes que la vitesse de filtration est importante. La montée en perte de charge s'avère beaucoup plus lente pour les filtres D et E, aux diamètres de fibres et compacités supérieurs. Ces différences d'allures sont directement corrélées aux efficacités de collecte de ces médias. En effet, la phase de filtration en profondeur s'étendra dans le temps pour un filtre présentant une faible efficacité initiale. Par conséquent, pour une même masse collectée par unité de surface, les particules seront réparties de façon plus homogène dans l'épaisseur du média et la perte de charge n'en sera que plus faible. Cette homogénéisation du dépôt est accentuée à fortes vitesses de filtration car, pour les tailles de particules considérées, la diffusion brownienne est le mécanisme de collecte prédominant et est d'autant plus faible que la vitesse augmente.

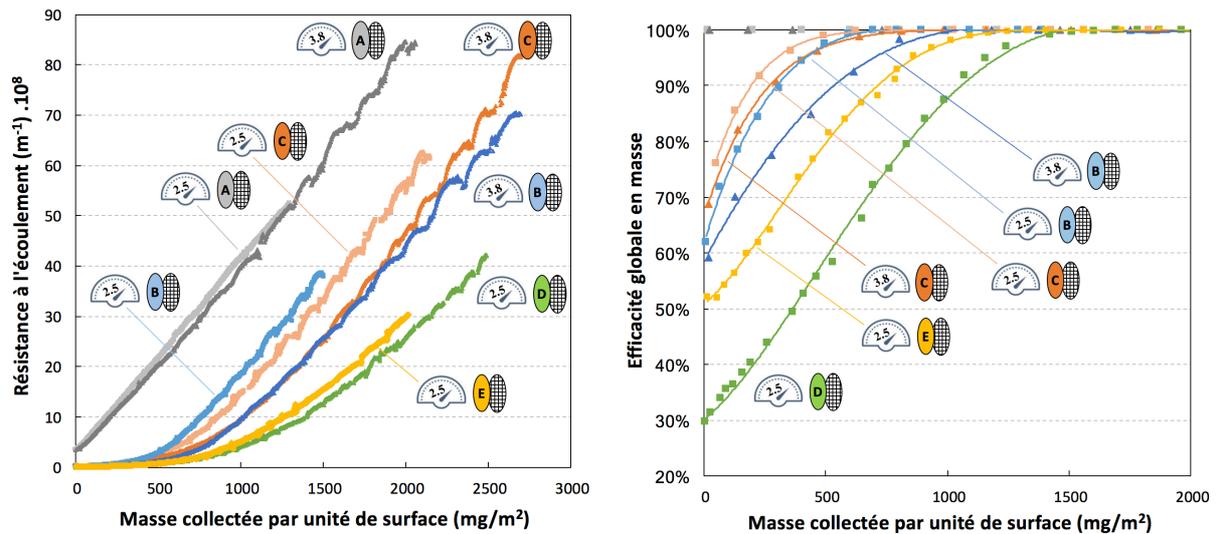


Figure 2.15 : Évolution des performances des médias fibreux en fonction de la masse collectée par unité de surface et de la vitesse de filtration (indiquée en cm/s sur les compteurs)

Le filtre très haute efficacité (nommé A) présente des efficacités de collecte supérieures à 99,9% quelles que soient la taille des particules et la vitesse de filtration considérées. Cela conduit à une évolution linéaire de la perte de charge au cours du colmatage de par une réduction au strict minimum de la phase de filtration en profondeur ; la résistance étant donc uniquement pilotée par l'épaisseur du gâteau formé en surface du média. Les évolutions similaires de la résistance à l'écoulement à 2,5 et 3,8 cm/s confirment la prédominance de la filtration en surface. Par ailleurs, leurs pentes identiques à celles des médias moyenne efficacité durant la phase de filtration en surface, soulignent que les caractéristiques du gâteau de filtration (notamment en termes de porosité) sont indépendantes de la vitesse de filtration (dans la gamme testée) et des propriétés des médias fibreux.

Les évolutions temporelles de la résistance des filtres A et B pour d'autres types d'agglomérats présentent les mêmes allures que pour le graphite, même si les cinétiques sont quelque peu différentes (cf. Figure 2.16 et Tableau 2.6). A noter que les colmatages avec des particules nanostructurées de cuivre se sont avérés trop chronophages du fait de la taille des agglomérats et de la densité de ce matériau.

Tableau 2.6 : Caractéristiques des agglomérats générés

Matériau	Fer	Molybdène	Carbone	Titane	Cuivre
Diamètre des particules primaires (nm)	1,5-2,5	1,5-3,9	9,1	2,8-3,3	2,0-3,2
Diamètre médian des agglomérats (nm)	51	47	60	59	18

La génération d'agglomérats par évaporation/condensation sous argon et air engendrent leur oxydation partielle ou totale. L'amplitude de gamme de taille de particules primaires provient ainsi de la détermination du diamètre à partir de la masse volumique du matériau ou de son oxyde. Par exemple, en considérant la densité du trioxyde de molybdène (MoO_3 ; 4,7), le diamètre des particules primaires obtenu est de 3,9 nm alors que ce même diamètre est de 1,5 nm pour le molybdène non oxydé de densité, 10,2.

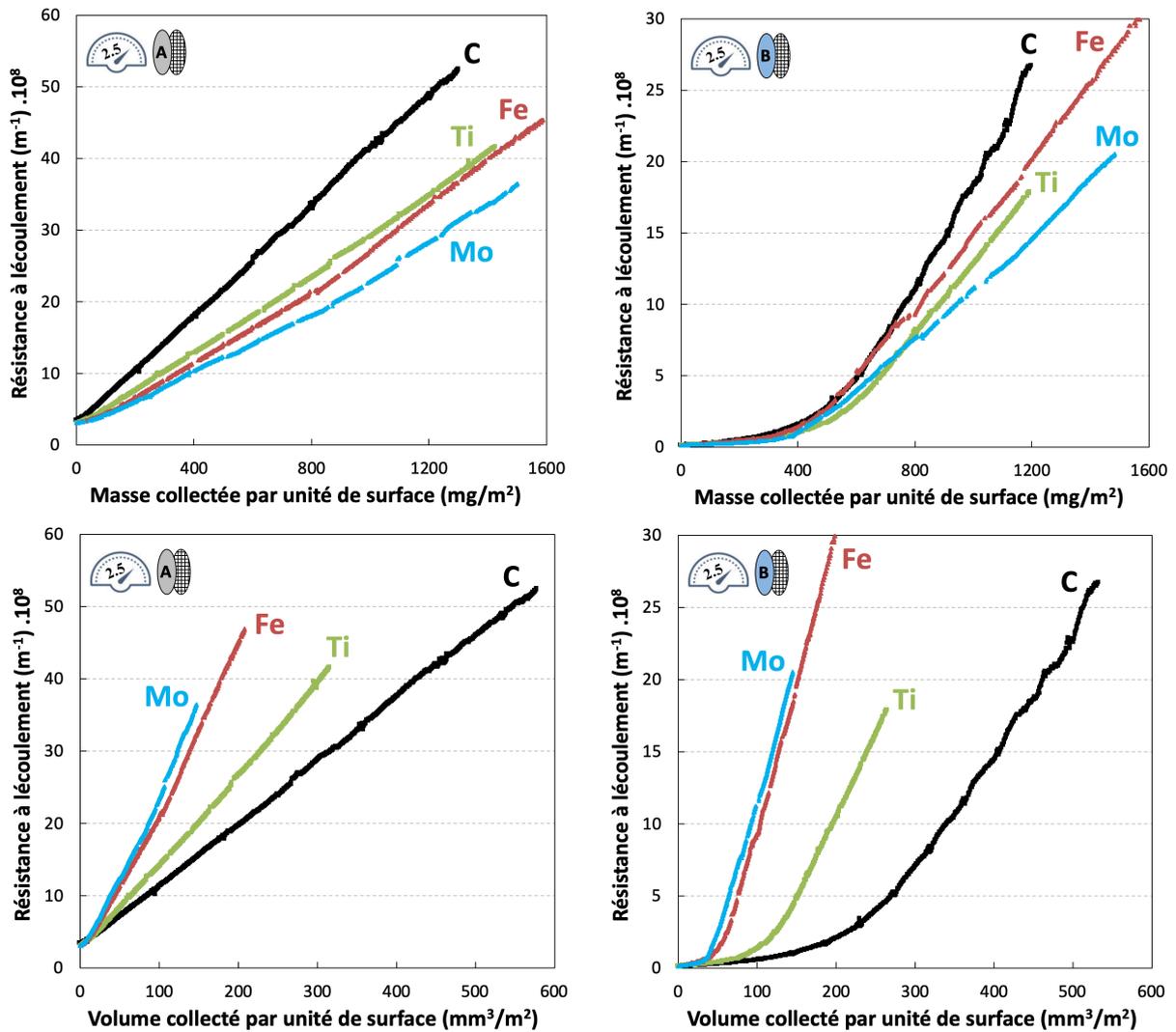


Figure 2.16 : Influence des caractéristiques des agglomérats sur les performances de filtration

Dans une métrique massique, il semble compliqué au premier abord de corrélérer ces cinétiques aux caractéristiques des agglomérats. Pour s'affranchir de la densité des particules nanostructurées, une représentation dans une métrique volumique met en évidence l'influence du diamètre des particules primaires. En effet, l'évolution de la perte de charge est d'autant plus rapide que les particules primaires constituant les agglomérats sont fines (cas du molybdène et du fer) alors que la cinétique est beaucoup plus lente avec les agglomérats de graphite.

Le diamètre des agglomérats relativement similaire pour les différents matériaux rend plus difficile une conclusion sur son influence même si ce paramètre devrait impacter la cinétique d'évolution de la perte de charge étant donné qu'il est à l'origine de construction de gâteaux de porosité variable (Thomas et al., 2014).

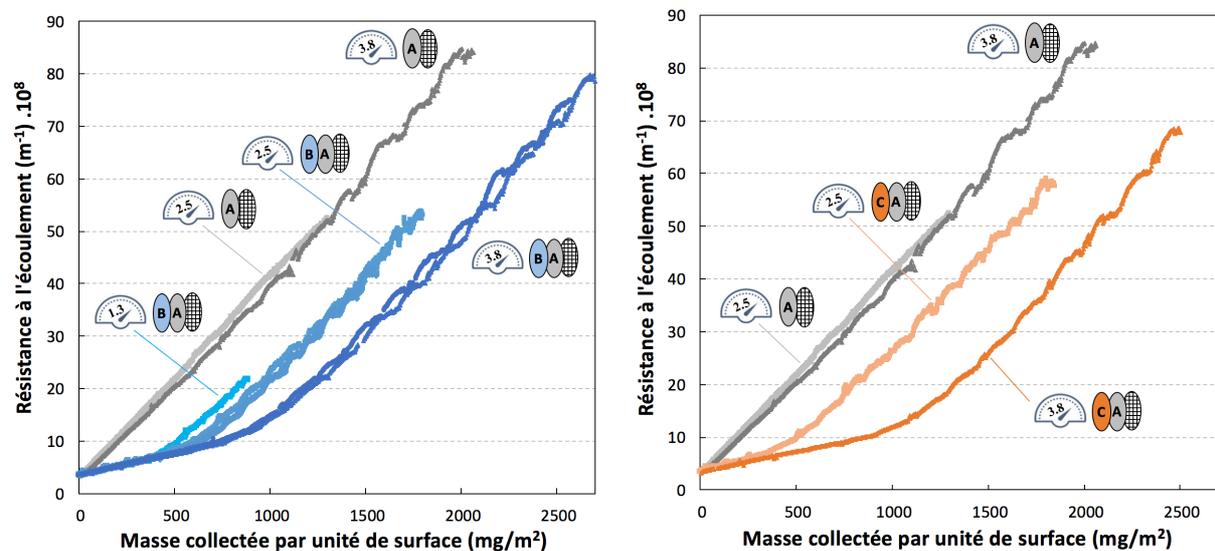
Performances des associations de filtres

Pour retarder l'apparition de la phase de filtration en surface et promouvoir la filtration en profondeur, tout en maintenant une efficacité proche de 100%, un filtre THE est ajouté en amont d'un filtre moyenne efficacité. Pour comparer les performances des différentes associations durant leur colmatage, les résultats sont exprimés en résistance à l'écoulement. Ce paramètre a été privilégié à une estimation du facteur de qualité étant donné que, de par la présence d'un filtre THE, les efficacités de collecte sont similaires et proches de l'unité pour chacune des associations testées. A noter que les évolutions de la résistance du filtre THE à différentes vitesses ont été reportées sur les graphiques suivants de façon à bien mettre en évidence l'apport des associations de filtres (cf. Figure 2.17).

Les filtres moyenne efficacité (ME) engendrant une perte de charge initiale relativement faible, la perte de charge des associations en début de colmatage est systématiquement du même ordre de grandeur que celle du filtre THE. Ce constat est particulièrement intéressant puisque cela signifie que la mise en œuvre d'un filtre ME en amont du filtre THE n'engendre pas de coût opératoire supplémentaire. Les résultats tendent à valider notre approche étant donné que, quelle que soit l'association (ME + THE), l'évolution de la résistance à l'écoulement s'avère plus lente que pour un média THE seul, pour une efficacité similaire et proche de 100%. En effet, la modeste efficacité initiale des médias B à E favorise une pénétration des particules dans l'épaisseur et ainsi une meilleure répartition de la masse collectée dans le volume du filtre.

Cette homogénéisation du dépôt dans la profondeur a pour conséquence de retarder la phase de filtration en surface (et donc l'évolution linéaire de la perte de charge) pour les associations de filtres. Comme, dans le cas de nanoparticules, la collecte est principalement gouvernée par la diffusion brownienne, ce retardement est d'autant plus accentué que la vitesse de filtration est importante. Par ailleurs, une seconde campagne de mesures, menée sur l'association B+A à 2,5 et 3,8 cm/s, a permis de mettre en évidence la bonne reproductibilité des essais et de confirmer les conclusions précédentes.

Si associer le média B ou C au filtre THE semble pertinent du fait d'un retardement important de la phase de filtration en surface ; travailler avec un filtre de trop faible efficacité initiale aboutit à des résultats plus mitigés. En effet, la pénétration du média D (et dans une moindre mesure du média E) est telle qu'elle retarde peu la formation d'un gâteau à la surface du filtre THE et engendre donc une augmentation plus rapide de la perte de charge, comparativement aux associations B+A ou C+A.



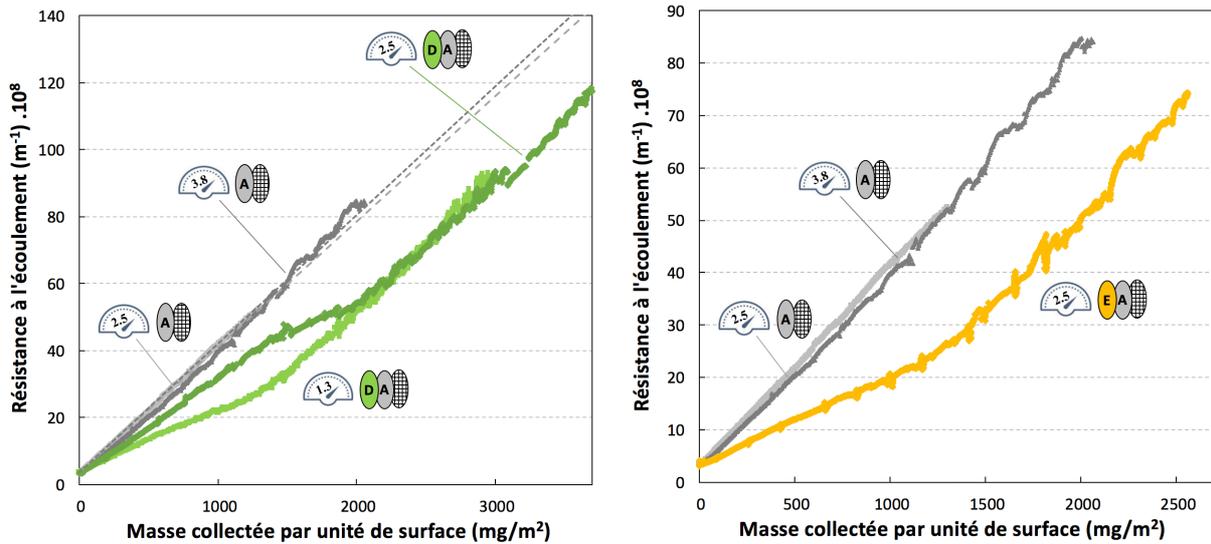


Figure 2.17 : Évolution des performances des associations de médias fibreux en fonction de la masse collectée par unité de surface et de la vitesse de filtration

Autant travailler à vitesse plus importante permet une meilleure homogénéisation du dépôt dans la profondeur des médias B ou C, autant pour les médias à très faible efficacité initiale, le rôle de la vitesse est plus complexe à appréhender car influence le type de filtration, en surface ou en profondeur. En effet travailler à faible vitesse (et donc à efficacité plus importante), sera à l'origine, dans un premier temps, d'une collecte des particules dans la profondeur du média ME et dans un second temps de la formation d'un gâteau de particules à la surface du média ME. L'allure de l'évolution de la résistance, est donc similaire à celle des associations B+A ou C+A, même si elle se trouve plus pentue du fait d'une moindre efficacité et donc d'une collecte des particules également en surface du média THE. Par contre, à forte vitesse, l'efficacité du média ME décroît fortement et engendre une collecte des particules dans un premier temps majoritairement à la surface du filtre THE d'où une augmentation très importante de la perte de charge en début de colmatage. Par la suite, du fait de l'augmentation de l'efficacité du média ME (de par l'accumulation de particules), les particules seront collectées majoritairement dans sa profondeur et enfin à la surface.

Pour vérifier ces hypothèses, une expérience a été réalisée non plus en accolant les deux filtres testés dans un même porte-filtre mais en les plaçant chacun dans un porte-filtre. Les deux porte-filtres (séparés d'environ 50-60 cm) sont associés en série, le premier contenant le filtre ME (média D) et le second le filtre THE (média A). La figure 2.18 (gauche) met en évidence que l'évolution de la perte de charge totale (D+A) est identique quelle que soit la configuration testée (i.e. filtres accolés ou placés dans deux porte-filtres). Cette reproductibilité des résultats malgré le changement de configuration a également été mise en évidence pour l'association (B+A). De plus, dans la configuration pour laquelle les filtres sont séparés, le suivi temporel de la résistance pour chacun des médias permet de valider notre hypothèse précédente. En effet, dans un premier temps, les performances de l'association de médias semblent être pilotées principalement par le filtre THE à la surface duquel se forme un gâteau à l'origine de l'augmentation linéaire de la perte de charge. Ceci est confirmée par la figure de droite mettant en évidence qu'une majorité de la masse est collectée par le filtre THE en début de colmatage. Dans un second temps, l'augmentation de l'efficacité du filtre ME est à l'origine d'un ralentissement de la montée en perte de charge. Enfin lorsque le filtre moyenne efficacité atteint une efficacité proche de l'unité, un gâteau de particules se forme à la surface du filtre ME entraînant la réapparition d'une augmentation linéaire de la perte de charge.

A noter que la légère différence d'évolution de la perte de charge totale peut s'expliquer par des pertes de particules par diffusion entre les deux porte-filtres (pour les médias séparés) et/ou par l'interaction particules/fibres liée à une construction du gâteau se faisant en surface du filtre THE et donc partiellement en profondeur du filtre ME (pour les médias accolés). Par ailleurs, le procédé de fabrication des médias peut générer des hétérogénéités à l'origine de légères différences de performances initiales.

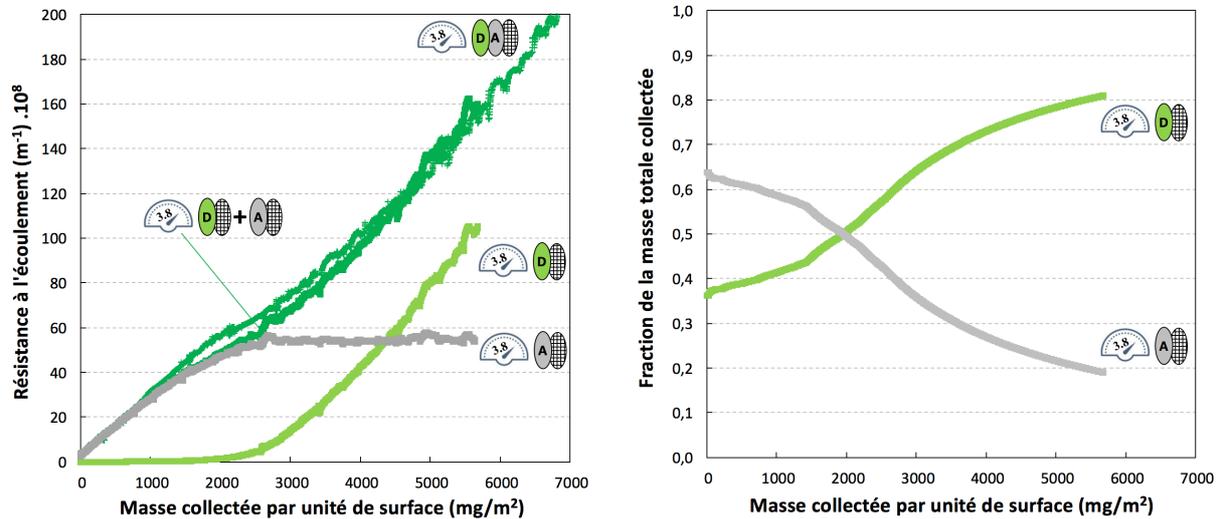


Figure 2.18 : Comparaison des performances de l'association (D+A) à 3,8 cm/s selon le type de configuration des médias (accolés ou séparés)

Coût énergétique des associations de filtres

Pour quantifier le profit lié à l'ajout d'un filtre ME en amont d'un filtre THE, le coût énergétique (par masse de particules collectées) a été déterminé pour chaque colmatage. Ce paramètre est sommé au cours du temps pour obtenir le coût énergétique cumulé (CEC) dépensé par chaque filtre ou association de filtres pour la collecte d'une certaine masse de particules :

$$CEC = \sum_{t=0}^{t_f} \left(\frac{1}{m_{c,t}} \cdot \int_0^{t_f} \Delta P \cdot t \cdot Q_v \right) \quad (2.10)$$

Comme escompté, pour le filtre A, l'évolution du coût énergétique cumulé est linéaire au cours du colmatage (cf. Figure 19). En effet, pour un filtre THE, la perte de charge est proportionnelle à l'épaisseur du gâteau et par conséquent à la masse de particules collectées à la surface du média. Ce coût énergétique cumulé évolue plus lentement pour les associations de filtres. Ainsi, pour une masse collectée donnée, l'écart entre les coûts énergétiques du filtre THE et de l'association de filtres représente le gain énergétique lié à l'ajout d'un filtre ME en amont du filtre THE.

En fixant un objectif en termes de masse finale collectée, le gain énergétique représente la différence entre le coût énergétique dépensé pour collecter une certaine masse de particules par unité de surface avec un filtre THE et le coût énergétique de l'association de médias pour collecter la même quantité de particules. Alors qu'en définissant une perte de charge maximale admissible, le gain énergétique représente la différence entre le coût énergétique dépensé lorsque le filtre THE atteint x fois sa perte de charge initiale et le coût énergétique de l'association lorsqu'elle atteint x fois sa perte de charge initiale.

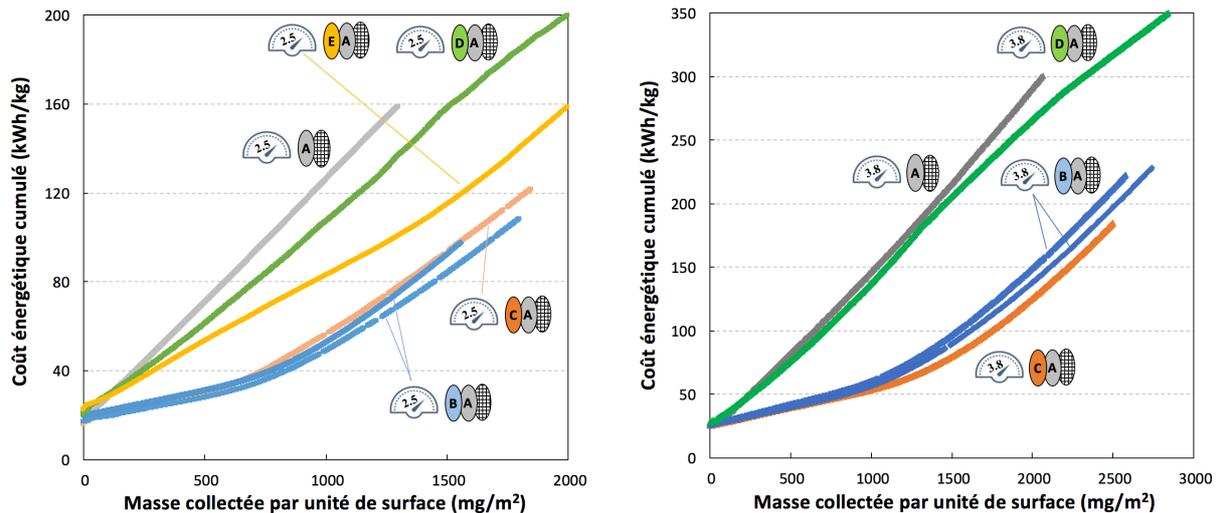


Figure 19 : Coût énergétique cumulé des différentes associations de médias en fonction de la masse collectée par unité de surface et de la vitesse de filtration

Cette représentation met à nouveau en évidence que l'utilisation d'un filtre ME ayant une efficacité initiale trop restreinte (cas des médias D et E) est peu pertinente car ne permet pas d'effectuer un gain énergétique significatif ; contrairement aux associations (B+A) et (C+A). En fin de colmatage (i.e. pour des masses collectées par unité de surface importantes), il se produit une stabilisation du gain énergétique. En effet, lorsqu'un gâteau apparait en surface du filtre ME, la pente de l'évolution de la perte de charge de l'association de médias devient identique à celle du filtre THE et donc le gain énergétique demeure constant.

Conclusion

Cette étude expérimentale a permis de mettre en évidence l'intérêt de l'ajout d'un filtre ME (constitué de microfibres) en amont d'un filtre THE. Le fait de collecter des particules dans la profondeur du média ME, plutôt que directement en surface d'un filtre THE (configuration classique), permet en effet de réduire significativement la vitesse de montée en perte de charge tout en maintenant une efficacité globale de collecte proche de l'unité. Cette association de médias (ME+THE) engendre ainsi un réel gain énergétique comparativement à la seule utilisation d'un filtre THE.

L'approche validée, la poursuite des travaux s'oriente vers la recherche d'un média ME permettant d'obtenir un gain énergétique le plus élevé possible. Pour ce faire, la première étape consiste à développer un modèle prédictif pour tester les performances, en termes d'efficacité de collecte et de perte de charge, d'un grand nombre de médias de compacité, diamètre de fibres et épaisseur variables. L'objectif est ainsi de trouver l'association optimale de médias, c'est-à-dire l'association présentant la vitesse de montée en perte de charge la plus faible possible.

2.3.2. Approche théorique

De par la diversité des procédés de fabrication (voies sèche, humide, fondue, aérodynamique), les médias fibreux peuvent posséder une grande variété de caractéristiques en termes de compacité, distribution de taille de fibres et épaisseur. Comme montré précédemment l'association en série de différents médias fibreux peut permettre de significativement augmenter la durée de vie et la capacité de rétention des particules. Si de nombreux brevets existent (Osendorf (1994), Chapman (1995), Benson et al. (2004), Rammig et al. (2005)) peu d'études (Wang et al., 2008 ; Leung et al., 2018 ; Charvet et al., 2018) décrivent les évolutions temporelles des performances de ce type d'associations. Une estimation a priori du comportement de ces filtres mono ou multicouches au cours du temps pourrait s'avérer intéressante de façon à limiter le recours à des expériences chronophages. Ces modèles pourraient permettre d'optimiser la structure de filtres non tissés, d'estimer leur durée de vie ou être implémentés dans des codes plus complets pour prédire le comportement aéraulique de réseaux de ventilation.

En se basant sur l'analogie avec un écoulement dans un capillaire, approche déjà employée par Elmoie et al. (2009), Bourrous et al. (2014) supposent un profil de pénétration exponentiel dans l'épaisseur du filtre ; profil dont la forme est constante au cours du temps. Cette hypothèse, justifiée pour des filtres THE pour lesquels la filtration en profondeur est faible, semble plus discutable pour des filtres moyenne efficacité. Leung et al. (2018) mettent en œuvre la même approche pour décrire l'évolution temporelle de la perte de charge de filtres constitués de nanofibres. Ils considèrent notamment la formation de ponts à l'entrée des capillaires qui en diminuent progressivement l'ouverture jusqu'à fermeture totale des pores. Pour ce faire, ils introduisent deux facteurs d'ajustement qui permettent de décrire correctement l'évolution de la perte de charge mais qui rendent le modèle non prédictif.

Des modèles plus complets, permettant de prédire parallèlement les évolutions temporelles de la perte de charge et de l'efficacité, ont également été développés par le passé mais sans pouvoir prendre en compte la spécificité des particules nanostructurées (Letourneau et al., 1990,1992 ; Thomas et al., 1999, 2001). Plus récemment, Przekop and Gradon (2008) ont appliqué une méthode de Lattice-Boltzmann pour déterminer l'efficacité de dépôt de nanoparticules sur des nanofibres et des microfibrilles. Ils ont étendu leur modèle au calcul des performances de médias bicouches sans toutefois confronter leurs résultats à des données expérimentales. Par ailleurs, la CFD (Computational Fluid Dynamics) a pris de plus en plus d'ampleur dans les études menées en filtration des aérosols (Qian et al., 2013 ; Gervais et al., 2015 ; Kang et al., 2016 ; Yue et al., 2016 ; Azimian et al., 2018 ; Iliev et al., 2018). La simulation de filtres complets demeure néanmoins complexe du fait de la nécessité d'une fine discrétisation et donc de temps et de capacité de calculs importants pour parvenir à reproduire les différents niveaux d'échelle (nanoparticules, fibres, porosité).

Ainsi, le choix s'est orienté dans le cadre de cette application vers le développement d'un modèle analytique prenant en compte les interactions entre le dépôt de nanoparticules et les fibres constitutives du média. L'objectif est d'estimer la perte de charge et l'efficacité d'un filtre à fibres durant son colmatage par des particules nanostructurées en considérant la modification de ces performances de par la présence de dépôts à l'intérieur et à la surface du média (Thomas et al., 2019).

Modélisation

Le filtre est discrétisé en tranches d'épaisseur égale à deux diamètres de Davies des fibres pour les cinq premières alors que l'épaisseur des tranches suivantes est croissante selon une suite géométrique de pas 1.5. Cette approche permet de limiter le nombre de tranches tout en discrétisant davantage les premières pour lesquelles une évolution rapide des performances est attendue. Le modèle prend en considération la contribution des particules collectées dans les tranches sur la perte de charge et l'efficacité de collecte au cours du colmatage. Les principales hypothèses du modèle sont l'isotropie du média fibreux dans le plan perpendiculaire à l'écoulement et l'homogénéité du dépôt dans chacune des tranches.

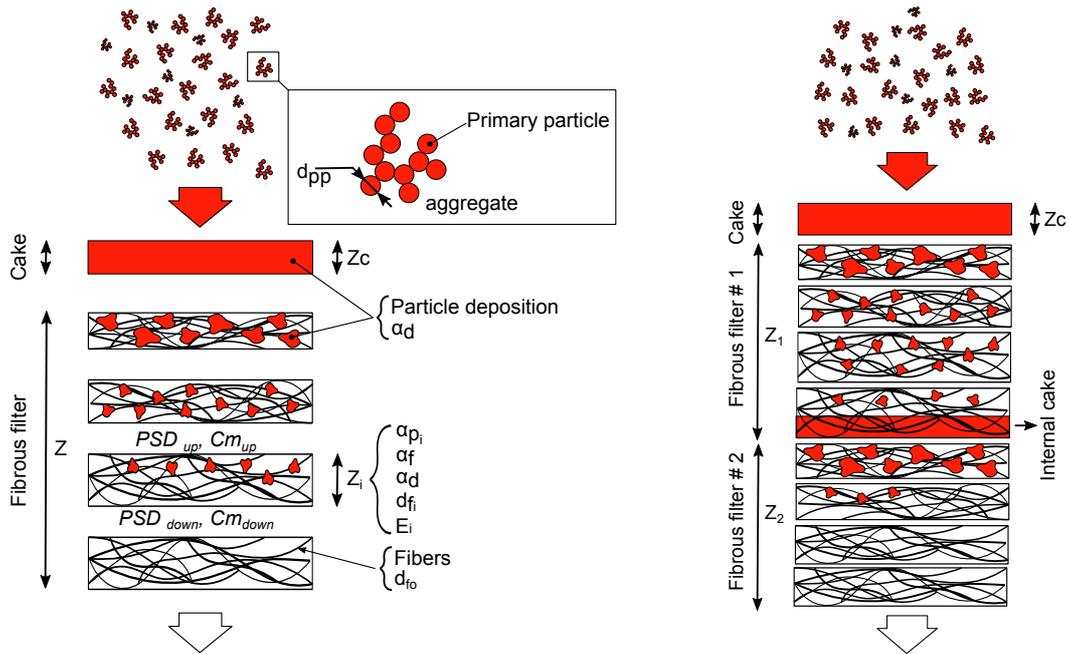


Figure 2.20 : Représentation schématique du modèle de filtration pour des médias fibreux monocouche (gauche) et bicouche (droite) (Thomas et al., 2019)

La perte de charge de chacune des tranches durant la phase de filtration en profondeur (avant la formation du gâteau) est considérée comme fonction des pertes de charge du milieu fibreux et du dépôt. Les contributions sont paramétrées par respectivement la fraction volumique des fibres et des particules, selon une approche similaire à celle développée par Bergmann et al. (1978) pour un dépôt dendritique.

$$\Delta P = \frac{\Delta P_0 \cdot \left(\frac{\alpha_f}{\alpha_f + \frac{\alpha_p}{\alpha_d}} \right)^{1/2} + \Delta P_d \cdot \left(\frac{\frac{\alpha_p}{\alpha_d}}{\alpha_f + \frac{\alpha_p}{\alpha_d}} \right)^{1/2}}{1 - \alpha_f - \alpha_p} \quad (2.11)$$

avec α_f la compacité en fibres (ratio du volume de fibres et du volume du média fibreux), α_p la compacité en particules (ratio du volume de particules et du volume du média fibreux), α_d la compacité du dépôt (ratio du volume de particules et du volume du dépôt), ΔP_0 et ΔP_d les pertes de charge, respectivement du média fibreux dans son état initial et du dépôt, calculées par la relation de Davies. Le dépôt de particules nanostructurées est ainsi considéré comme un enchevêtrement de chaînes constituées des particules primaires.

$$\Delta P_0 = 64 \cdot \frac{\alpha_f^{3/2} \cdot (1 + 56 \cdot \alpha_f^3)}{d_{f0}^2 \cdot Cu_f} \cdot \mu \cdot Z \cdot U_f \quad (2.12)$$

$$\Delta P_d = 64 \cdot \frac{\alpha_p^{3/2} \cdot (1 + 56 \cdot \alpha_p^3)}{d_{pp}^2 \cdot Cu_{pp}} \cdot \mu \cdot Z \cdot U_f \quad (2.13)$$

avec μ la viscosité dynamique du gaz, Z l'épaisseur de la tranche considérée, U_f la vitesse de filtration, d_{pp} le diamètre des particules primaires, d_{f0} le diamètre de Davies des fibres à l'état initial, Cu_f et Cu_{pp} les facteurs de glissement respectivement pour les fibres et les particules primaires.

Lorsque la première tranche est complètement saturée (i.e. le ratio du volume dépôt et du volume poreux est supérieur à 99.9%), les particules nouvellement collectées sont supposées former un gâteau à la surface du filtre. Cette nouvelle contribution à la perte de charge globale est calculée à partir d'un modèle développé pour les dépôts nanostructurés (Thomas et al., 2014).

$$\Delta P_G = 64 \cdot F_c \cdot \frac{\alpha_d^{3/2}}{d_{pp}^2 \cdot Cu_{pp}} \cdot \mu \cdot Z_c \cdot U_f \quad (2.14)$$

avec Z_c l'épaisseur du dépôt surfacique et F_c un facteur de correction prenant en compte la fusion partielle des particules primaires. Ce facteur varie entre 1,5 dans le cas d'un agglomérat (aucune fusion) et 1 dans le cas d'un agrégat complètement fusionné (assimilable à une fibre).

A noter que pour un dépôt nanostructuré, la compacité α_d peut être estimée avec la corrélation suivante (Thomas et al., 2014), dans laquelle le nombre de Péclet est calculé en considérant le diamètre médian en nombre de la distribution granulométrique des particules filtrées.

$$\alpha_d = 1 - \frac{1 + 0.438 Pe}{1.019 + 0.464 Pe} \quad (2.15)$$

L'efficacité de collecte est quant à elle estimée par l'intermédiaire des corrélations classiques de la littérature en considérant trois mécanismes que sont la diffusion brownienne (prépondérante dans le cas des nanoparticules), l'interception et l'impaction (négligeable dans le cas des nanoparticules). Ces modèles font toutefois intervenir un diamètre uniforme de fibres dans le média ce qui n'est pas représentatif de la réalité puisque la distribution de taille de fibres est généralement polydispersée. Par ailleurs, durant le colmatage, les particules préalablement collectées participent également à l'efficacité de collecte. Ainsi, le modèle a été développé en se basant sur un diamètre de fibre équivalent en perte de charge ; en d'autres termes le diamètre de collecteur utilisé dans les corrélations d'efficacité permet d'égaliser la perte de charge modélisée et l'équation de Davies.

$$d_f = \left[64 \cdot \frac{(\alpha_f + \alpha_p)^{3/2} \cdot [1 + 56 \cdot (\alpha_f + \alpha_p)^3]}{\Delta P \cdot Cu_f} \cdot \eta \cdot Z \cdot U_f \right]^{1/2} \quad (2.16)$$

Connaissant la concentration et la distribution granulométrique des particules en amont du filtre, à chaque pas de temps, la masse de particules collectées dans chaque tranche fibreuse peut être calculée, ainsi que la concentration et la distribution granulométrique des particules en aval de chaque tranche. La perte de charge, le nouveau diamètre des collecteurs en sont également déduits. Par reproduction de cette procédure à chaque pas de temps et dans chaque tranche, il en vient les évolutions temporelles de la perte de charge et de l'efficacité de collecte (cf. Figure 2.21).

Validation du modèle

Pour les filtres individuels, le modèle décrit fidèlement l’allure des évolutions temporelles de la perte de charge et de l’efficacité de collecte, ainsi que l’apparition du gâteau surfacique. Il permet de confirmer que la phase de filtration en profondeur est d’autant plus brève que l’efficacité initiale du filtre est élevée et que la vitesse de filtration est lente.

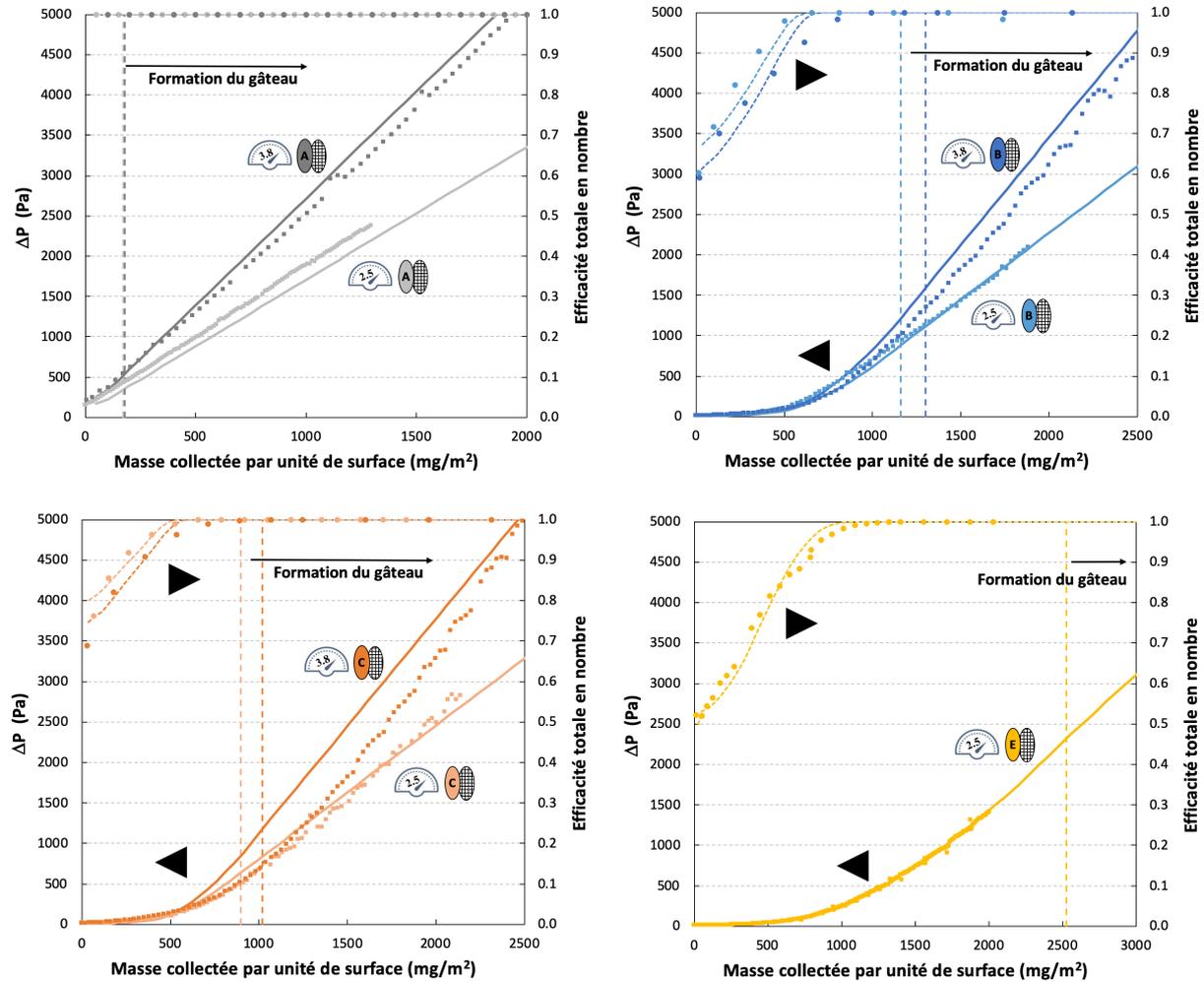


Figure 2.21 : Confrontation des performances expérimentales et modélisées pour différents filtres et vitesses de filtration

Pour les associations de filtres en série (cf. Figure 2.21), les deux types d’évolutions de la perte de charge mises en évidence expérimentalement sont parfaitement modélisés. Ainsi, lors de l’association d’une filtre moyenne efficacité (B) et d’un filtre THE (A), l’évolution est initialement lente du fait de l’accumulation de particules au sein du média en amont, suffisamment efficace pour collecter la majorité des particules. L’augmentation progressive de son efficacité conduit à la formation d’un gâteau à sa surface et donc à une évolution linéaire de la perte de charge. Lors de l’association d’un filtre de faible efficacité (C) et d’un filtre THE (A), l’apparition du gâteau, dans un premier temps à l’interface entre les deux filtres, est également fidèlement reproduite par le modèle. Lorsque le filtre en amont devient suffisamment efficace de par les particules préalablement collectées, la cinétique devient similaire à celle observée pour l’association (B+A).

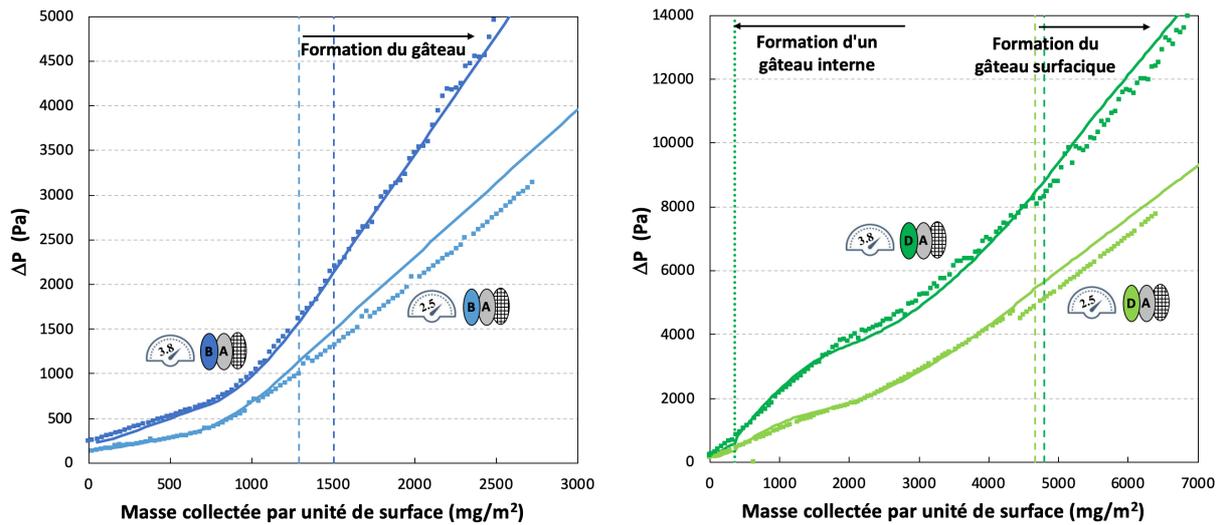


Figure 2.22 : Confrontation des performances expérimentales et modélisées pour différentes associations de filtres et vitesses de filtration

Le modèle parvient également à prédire avec précision la répartition de la masse collectée dans chacun des deux filtres lorsqu'ils sont placés, en série, dans deux porte-filtres différents.

Conclusion

Si l'étude expérimentale a permis de mettre en évidence le gain énergétique engendré par l'ajout d'un filtre ME en amont d'un filtre THE, le modèle développé permet une prédiction satisfaisante des évolutions de la perte de charge et de l'efficacité au cours du colmatage, tant pour un filtre seul que pour une association de filtres en série. Le modèle décrit parfaitement la phase de transition entre la filtration en profondeur et la filtration en surface et prédit également la formation éventuelle d'un gâteau interne à l'interface entre les deux médias fibreux. Pour la filtration de nanoparticules, son utilisation pourrait, à terme, permettre l'optimisation de la structure des médias fibreux, en termes de compacité, épaisseur ou encore nombre de couches. Ce modèle implique cependant l'utilisation de corrélations d'efficacité unitaire de fibre par diffusion. Le choix de l'expression, parmi les nombreuses disponibles dans la littérature, peut avoir une influence sur la prédiction des performances du média fibreux. Ainsi un travail conséquent d'expérimentations numériques, à l'aide du logiciel de simulation GeoDict®, est en cours depuis quelques années pour proposer des corrélations « universelles » d'efficacité unitaire de fibre par diffusion et interception, capables de couvrir une large gamme de propriétés structurales des filtres (compacité et diamètre de fibres).

2.4. Filtration & SARS-CoV-2 : avancer masqué pour la sécurité globale

Dans le cadre de la lutte contre la propagation du SARS-COV-2 (Severe Acute Respiratory Syndrome Corona Virus 2), les activités de l'équipe ont été réorientées, dès fin mars 2020, pour tester l'efficacité de masques. En effet, après quelques incertitudes lors de l'apparition de la pandémie, il a rapidement été démontré que la contamination par le virus SARS-CoV2 s'effectue majoritairement par voie aérosol. Les compétences de l'équipe, notamment en filtration, ont donc été fortement sollicitées pendant près de deux ans.

Selon l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS), une maladie peut se transmettre par le transport d'agents infectieux dans les sécrétions ou les gouttelettes émises dans l'air par une personne infectieuse. Ces gouttes générées par les activités respiratoires (parole, éternuement, toux, ...) possèdent une large amplitude de tailles (de quelques dizaines de nanomètres à quelques centaines de micromètres d'après Gralton et al. 2011). Les plus volumineuses d'entre elles (>5-10 μm) ont une propension à sédimenter rapidement du fait de leur taille ce qui limite la contamination à des interactions proches. Au contraire, les particules les plus fines peuvent rester en suspension durant de longues périodes de temps. Cette gamme de diamètre varie non seulement fortement en fonction des activités et des individus (Lee et al., 2019) mais peut également être influencée par le vieillissement (notamment l'évaporation des gouttelettes) en fonction des conditions environnantes. Si la concentration et la distribution de taille sont très variables, il est admis que le diamètre des particules en suspension (gouttelettes et éventuels résidus secs) est globalement inférieur à 5 μm (Asadi et al., 2019 ; Johnson et al., 2011 ; Morawska et al., 2009, Papinieri et Rosenthal, 1997). Concernant l'infectiosité, le virus de la grippe semble être présent dans ces gouttelettes et ce quelle que soit leur taille (Lindsey et al., 2010) alors que, dans le cas spécifique de cette pandémie, le SARS-CoV-2 reste viable et infectieux en phase aérosol durant au minimum 3 heures (Van Doremalen et al., 2020) et ce même après séchage des gouttelettes (Fears et al., 2020). Ainsi, la contamination par les gouttelettes peut se produire lors d'un contact proche avec une personne infectée présentant des symptômes respiratoires (toux ou éternuement) (Bourouiba et al., 2014) ou ayant une activité respiratoire (parole, chant, pratique musicale) (He et al., 2021) mais également par les particules de plus faibles diamètres demeurant en suspension sur de longues périodes de temps et exposer les individus à une plus grande distance de la source.

Comme les particules générées par les activités respiratoires sont suffisamment volumineuses pour transporter le coronavirus (taille comprise entre 60 et 140 nm selon Kim et al., 2020 ; Matsuyama et al., 2020 ; Park et al., 2020 ; Ren et al., 2020), suffisamment fines pour être inhalées et pénétrer profondément dans l'appareil respiratoire (et engendrer des symptômes plus virulents) et suffisamment persistantes pour rester en suspension durant de longues périodes, la transmission indirecte, c'est-à-dire à une distance supérieure à celle préconisée dans le cadre de la distanciation sociale, ne peut donc pas être exclue (Asadi et al., 2020).

Parmi l'arsenal de mesures, le port du masque semble donc indispensable pour limiter la propagation de la pandémie lors d'interactions sociales (Liang et al., 2000). Durant cette crise sanitaire, la population générale a majoritairement porté des masques à usage non sanitaire ou des masques chirurgicaux dans les espaces publics ou de travail et plus généralement en tout lieu où le port du masque a été rendu obligatoire. Même si l'étude de Yan et al. (2019) fait état d'un fort recul de la transmission du virus en cas de port d'un masque d'efficacité modérée (50 %) par une majorité de la population, la caractérisation de leur niveau de protection respiratoire sur une large gamme de taille de particules semble primordiale.

2.4.1. Masques à usage non sanitaire ou masques barrière

Au début de cette crise sanitaire, les masques habituellement utilisés contre la transmission virale ou bactérienne, de type chirurgical, ont été réservés aux personnels soignants et personnes symptomatiques. La pénurie de ces masques chirurgicaux a conduit à l'émergence d'un nouveau type de masque dans de très nombreux pays, le masque barrière (Clapp et al., 2020 ; Konda et al., 2020 ; Pei et al., 2020 ; Zhao et al. ; 2020).

La Direction Générale de l'Armement (DGA) a été sollicitée par le gouvernement, dès mars 2020, pour élaborer dans l'urgence un protocole de validation des performances de ces masques à usage non sanitaire, la plupart du temps lavables et réutilisables. La production de ces masques a été encadrée par une note des directeurs généraux de la santé (DGS), du travail (DGT), des entreprises (DGE), de la douane et des droits indirects (DGDDI) et de la concurrence, de la consommation et de la répression des fraudes (DGCCRF) du 29 mars 2020, mise à jour le 28 janvier 2021. Ces masques, destinés au grand public dans le cadre de leurs activités professionnelle ou privée, sont mis en œuvre dans le cadre de la lutte contre la pandémie, dans le respect des spécifications de l'Agence nationale de sécurité du médicament et des produits de santé (ANSM) et en lien avec l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (ANSES).

Dans ce contexte, le comité européen de normalisation (CEN, 2020) a jugé nécessaire d'harmoniser le degré de protection de ces masques à usage non sanitaire en diffusant des guides de fabrication. Ces spécifications ont permis aux acteurs du secteur textile, non spécialistes en filtration, mais aussi à tout un chacun de fabriquer ces propres masques. L'urgence sanitaire a ainsi conduit à la fabrication de masques de tout type (tissus, tricots, matériaux non-tissés, velours, ...) aux performances réelles de filtration inconnues.

La note d'information interministérielle du 29 mars 2020, mise à jour le 28 janvier 2021, définit les spécifications techniques que doivent respecter les masques grand public. Ainsi ils doivent présenter, pour une perte de charge de 100 Pa, un débit volumique par unité de surface supérieur à 96 L/m²/s et une efficacité de filtration des particules de 3 µm (sans précision de leur nature) supérieure à 90 et 70 %, respectivement pour les catégories 1 et 2 (CEN, 2020). Ce respect des spécifications est vérifié par des tests réalisés par la DGA ou des laboratoires tiers ayant reçu une accréditation. A noter, que l'usage des masques faits maison et de catégorie 2 n'est plus recommandé depuis le 28 janvier 2021 en application du décret n° 2021-76 du 27 janvier 2021 s'appuyant sur l'avis du Haut Conseil de la santé publique du 18 janvier 2021. Ils ne font donc plus partie, depuis cette date, des masques de protection conseillés pour faire face à l'épidémie de la COVID-19.

Les compétences et l'expertise de l'équipe en filtration des aérosols nous ont conduits, dès le début du printemps 2020, à tester bon nombre de masques à usage non sanitaire fabriqués par des industriels du textile de la région Grand-Est (Garnier-Thiebault, Maille Verte des Vosges, Ceramic, ...) mais également à les conseiller dans le choix des matériaux nécessaires au développement de masques barrière. Par ailleurs, si une approche harmonisée a été mise en place par le comité européen de normalisation, aucune exigence précise n'est spécifiée en termes de protocole opératoire, de nature et de polydispersion de l'aérosol test, d'instruments de métrologie, de design du banc de tests, ... Des comparaisons inter-laboratoire ont donc été menées entre notre équipe de recherche et des équipes de l'Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire (IRSN) et du Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE), spécialistes de filtration et de métrologie des aérosols ; l'objectif étant de tester les différentes méthodes de caractérisation des performances des masques (Bourrous et al., 2021) et les mettre en regard de la méthode « officielle » développée par la DGA.

Malgré les différences de designs de bancs d'essais (surface des échantillons), de protocoles de mesure (échantillonnage amont/aval en simple conduite ou deux conduites en parallèle) et d'aérosols d'essais, la caractérisation des performances d'une dizaine de masques barrière aboutit à des résultats concordants entre les trois laboratoires impliqués dans cette intercomparaison (Figure 2.23).

Si les écarts observés sur la perméabilité s'expliquent principalement par l'hétérogénéité des médias, s'y ajoutent l'utilisation de procédures expérimentales et d'équipements plus complexes pour la détermination de l'efficacité de filtration à 3 µm. Ainsi la stabilité de la génération des aérosols d'essais, l'échantillonnage et l'efficacité de comptage des Aerodynamic Particle Sizer (APS TSI® 3321) (Armendariz et Leith, 2002 ; Volckens et Peters, 2005) ont été identifiés comme des sources de dispersion des résultats.

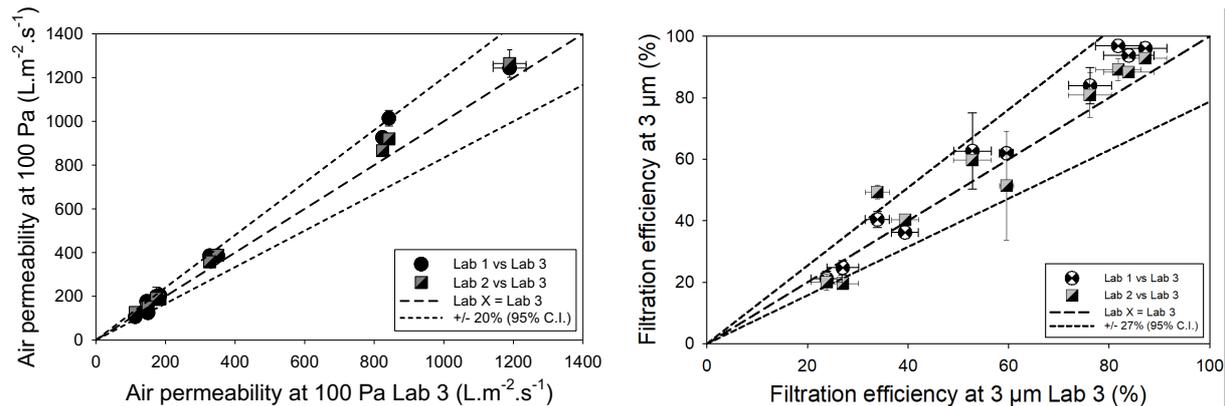


Figure 2.23 : Intercomparaison des perméabilités et des efficacités de collecte à 3 µm de masques barrière entre le LRGP (Lab 1), l'IRSN (Lab 2) et le LNE (Lab 3) (Bourrous et al., 2021)

Si les résultats de l'intercomparaison LRGP/IRSN/LNE sont concordants, il n'en est pas de même avec les performances des masques barrière déterminées par la DGA. Malgré des perméabilités proches, le protocole mis en place par la DGA semble surestimer l'efficacité de collecte de particules de 3 µm pour un certain nombre d'échantillons. Des essais additionnels menés au LRGP ont permis de mettre en évidence que la poudre Holi (amidon de maïs), utilisée dans le protocole DGA, était fortement chargée électriquement lors de son aérosolisation par un générateur RBG 1000 Palas®, comparativement aux aérosols de DEHS, NaCl et billes de latex générés respectivement au LRGP, à l'IRSN et au LNE. La génération de particules chargées implique la présence d'un mécanisme de collecte additionnel, lié à la charge électrique des particules, contribuant à une surévaluation de l'efficacité. Dans un contexte de crise sanitaire, surestimer l'efficacité de masques à usage non sanitaire peut conduire à la mise sur le marché d'équipements dont les performances sont en-deçà des spécifications requises. Il semble par conséquent nécessaire de préciser, à l'avenir, la nature des particules et éventuellement leur neutralisation dans les guides de recommandation et les méthodes d'évaluation et de validation des performances des masques barrière.

L'ensemble des échantillons testés par le LRGP, l'IRSN et le LNE a, en outre, permis de construire une base de données importante et de dégager des tendances sur le type de matériau conduisant à des masques tout à la fois respirables, confortables et efficaces vis-à-vis de particules de 3 µm. La représentation de l'efficacité de collecte de particules de 3 µm (en diamètre aérodynamique) en fonction de la perméabilité à air permet d'identifier les matériaux les plus pertinents (Figure 2.24). Ainsi, les lignes horizontale et verticale délimitent les efficacités et perméabilités minimales, nécessaires à la qualification du média comme masque à usage non sanitaire de catégorie 2 (UNS2).

Même si la nature des matériaux et l'association d'un nombre variable de couches en série entraînent une certaine dispersion des données, cette représentation met indéniablement en évidence qu'une augmentation de la perméabilité des masques aboutit à une baisse d'efficacité de filtration. Ainsi, aucun des matériaux tissés ou tricotés de perméabilité supérieure à 300 L/m²/s ne semble présenter les performances de filtration nécessaires à une qualification en masque UNS de catégorie 2 ; cette limite étant abaissée à 200 L/m²/s pour les masques de catégorie 1.

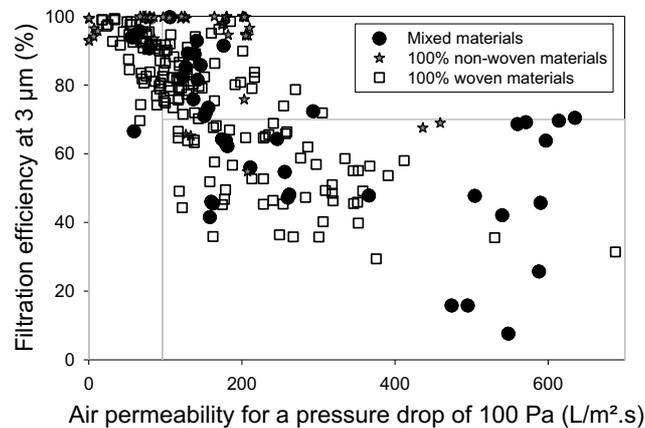


Figure 2.24: Évolution de l'efficacité de filtration à 3 μm en fonction de la perméabilité (Bourrous et al., 2021)

D'autres auteurs (Konda et al., 2020 ; Zhao et al., 2020) aboutissent aux mêmes conclusions sur des matériaux communs (soie, coton, mousseline, nylon, ...) et n'obtiennent des efficacités élevées qu'en cas de tissage serré et de faible porosité. La recherche d'un masque tissé ou tricoté suffisamment perméable et à très haute efficacité de filtration (supérieure à 90 %) semble complexe et un recours consiste en l'ajout d'une couche de matériau non-tissé. En effet, bien que plus résistants à l'écoulement, ces matériaux sont généralement caractérisés par une très forte efficacité (> 95 % pour des particules de 3 μm) de par la présence de fibres de faible diamètre (de l'ordre de 1 à 10 μm) potentiellement chargées.

Le projet MOTUS, financé par la région Grand-Est et l'ANR, et mené en collaboration avec le Laboratoire de Physique et de Mécanique Textiles (LPMT) et le Laboratoire de Gestion des Risques et Environnement (GRE) de l'Université de Haute-Alsace ainsi que le Centre d'Essais Textile Lorrain (CETELOR) de l'Université de Lorraine, a permis de tester l'influence des paramètres structuraux d'un matériau sur ses performances de filtration. Des tissus en coton et en lin au duitage (nombre de fils par centimètre) et numéro métrique (nombre de mètres de fil par gramme) variables ont ainsi été caractérisés tant en termes d'efficacité de filtration que de respirabilité. Comme pour l'ensemble des masques barrière testés, l'augmentation de l'efficacité se fait au détriment de la perméabilité et est d'autant plus marquée que le duitage (et donc la compacité) et le numéro métrique (inversement proportionnel au diamètre des fils) sont élevés. Il est intéressant de noter que des tissus homothétiques (i.e. compacité constante malgré duitage et numéro métrique variables) présentent des performances similaires ce qui laisse à penser que l'efficacité et la respirabilité sont davantage pilotées par la porosité de surface que par le diamètre des fils (Figure 2.25). Par ailleurs, le lavage des tissus, en plus d'augmenter le duitage par resserrement des fils, fait apparaître des porosités de surface qui participent à l'efficacité de filtration sans dégrader la perméabilité de la structure.

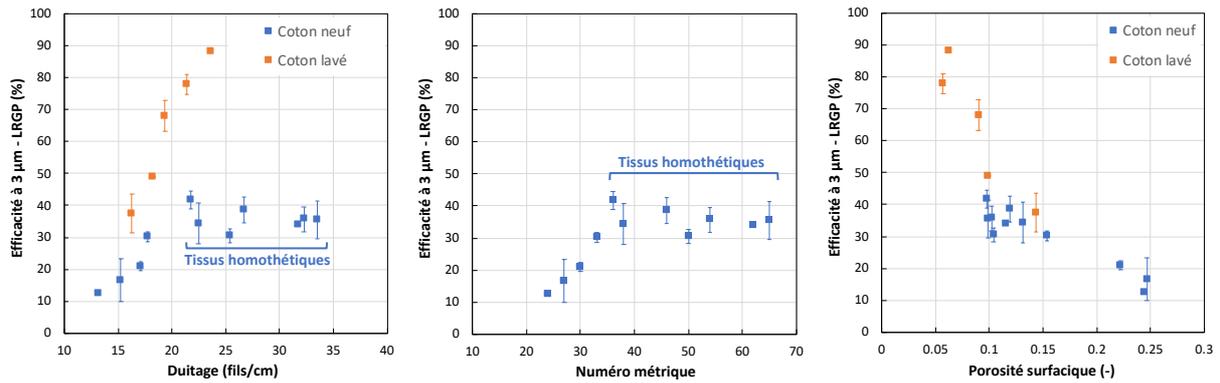


Figure 2.25: Influence des paramètres structuraux de tissus sur l'efficacité de filtration à 3 µm

La fabrication de masques aux propriétés structurales maîtrisées n'étant pas chose aisée, le recours à la simulation numérique peut être une solution séduisante. Le code de calcul GeoDict® dédié aux écoulements dans les milieux poreux, rend possible la génération de microstructures tissées tridimensionnelles. Les résolutions de l'écoulement et des équations de trajectoires de particules dans la microstructure donnent ainsi accès à la perméabilité et l'efficacité de filtration de ces matériaux virtuels (Figure 2.26). L'absence de prise en compte des hétérogénéités structurales locales et des pilosités inhérentes à des tissus rend complexe la prédiction des performances de matériaux tissés réels par l'outil de simulation mais la mise en place d'un plan d'expériences numérique a permis d'identifier les principaux paramètres structuraux d'influence et d'aboutir à des recommandations pour la fabrication de masques barrière, tant en termes de diamètre des fils de chaîne et de trame, d'espacement entre fils que de structure des fils (mono ou multifilaments).

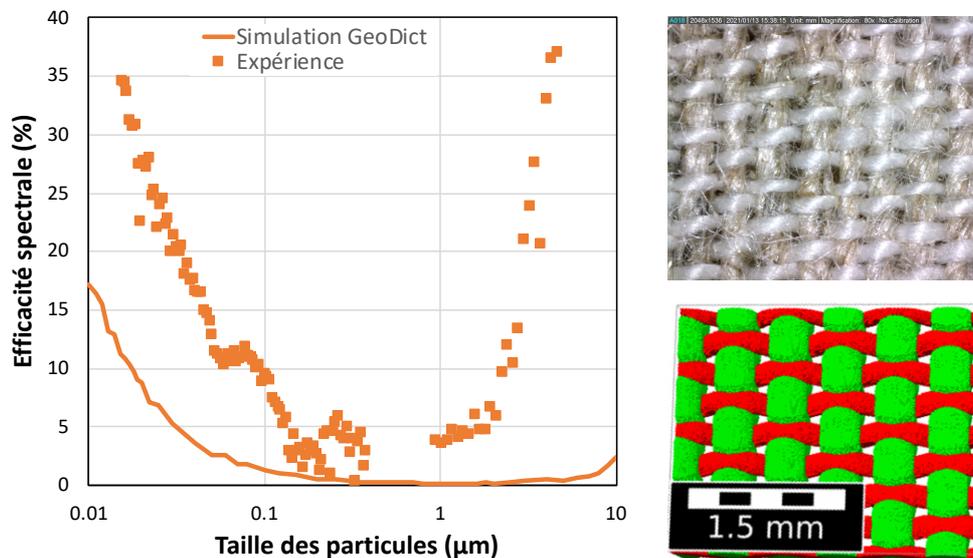


Figure 2.26: Efficacité spectrale de matériaux tissés réels et simulés

Malgré des performances modestes, le port de ces masques barrière reste confortable ce qui a facilité leur dissémination auprès du grand public. Néanmoins, compte-tenu de leur élasticité, la morphologie du porteur ou le fait de parler peuvent conduire à un écartement des mailles des masques tricotés et donc à la création de passages préférentiels à l'air, aussi bien exhalé qu'inhalé. Des mesures sur une quinzaine de sujets, menées au LRGP dans le cadre de ce projet MOTUS, ont ainsi révélé un étirement moyen de l'ordre de 10 % selon la morphologie des visages.

Cet échantillon testé, bien que non représentatif de la population, met néanmoins en évidence une élongation du masque lors de son port. Des mesures sur des masques tricotés commercialisés mettent en évidence une meilleure respirabilité des matériaux étirés, mais au détriment du niveau de protection. Même si cette perte de performance est plus ou moins accentuée selon les masques et les porteurs, il ne peut qu'être recommandé aux organismes de certification de prendre en compte cette donnée en appliquant, pour ce type de matériau, une certaine tension au masque lors de la mesure d'efficacité.

Une autre source de dégradation de l'efficacité non prise en compte pour accréditer les masques barrière, tout comme les masques chirurgicaux, concerne les fuites au visage. En effet, contrairement à la norme de certification des masques FFP1, FFP2 et FFP3 (EN 149:2009), les normes définissant les exigences de fabrication, de conception et de performance, ainsi que les méthodes d'essai relatives aux masques chirurgicaux (EN 14683:2019) et barrière (CWA 17553:2020), ne spécifient pas le taux maximal de fuite au visage admissible. Elle précise uniquement les valeurs d'efficacité à 3 µm et de perte de charge (ou perméabilité) que doivent atteindre les masques selon leur type.

Des essais sur des masques chirurgicaux perforés, pour simuler les fuites au visage, montrent une baisse significative d'efficacité. Pour un matériau filtrant présentant une efficacité d'environ 99 % pour des particules de 3 µm, une chute d'efficacité de l'ordre de 20 % est constatée pour une fuite équivalente à 0,5 % de la surface, ce qui représente environ 1 à 1,5 cm² sur un masque chirurgical. L'augmentation de la surface de fuite accélère d'autant la dégradation de l'efficacité. Les valeurs d'efficacité affichées par les masques barrière caractérisent ainsi uniquement le matériau filtrant, et non l'efficacité de filtration du masque porté en conditions réelles. Une efficacité élevée sur le papier ne présage nullement d'un haut niveau de protection si l'ajustement du masque n'est pas optimal (Chazelet et Pacault, 2021).

Même si des modélisations ont fait état d'un fort recul de la transmission des virus en cas de port d'un masque d'efficacité modérée par la majorité de la population (Yan et al., 2019), l'utilisation de masques chirurgicaux semble à privilégier. En effet, comparativement aux masques barrière, le matériau non-tissé des masques chirurgicaux possède une structure moins déformable (lors du port) et de meilleures performances de filtration. En outre, la présence d'une barrette nasale, systématique sur les masques chirurgicaux, limite les fuites d'air au visage. A noter que seuls les masques FFPx permettent de limiter ces fuites mais leur coût et leur relatif inconfort (lié à un meilleur ajustement) rendent leur port plus difficilement acceptable par la population, tant dans les espaces publics que sur les lieux de travail.

2.4.2. Masques chirurgicaux

Historiquement, ce type de masque est employé pour limiter la transmission d'agents infectieux durant les procédures chirurgicales et est recommandé pour le personnel médical mais également les patients et le grand public dans l'éventualité d'épidémies et de pandémies. Avant la pandémie de COVID-19, des masques chirurgicaux de type II étaient recommandés dans les services de soin, de type IIR pour le staff médical durant un soin avec risque de projection (blocs opératoires) et des masques de protection FFP2 durant des soins auprès de patients nécessitant des précautions particulières. A partir du printemps 2020, les masques de protection FFP2 ont été privilégiés pour des opérations invasives ou des soins dans l'environnement proche d'un patient atteint du virus alors que les masques chirurgicaux de type IIR sont employés pour toute autre type de soin.

La tension sur l’approvisionnement des masques durant la première vague de la pandémie a conduit, sous l’impulsion du CHRU de Grenoble, à la formation d’un consortium d’industriels, de chercheurs et de médecins pour étudier la possibilité de traiter (pour l’élimination des risques viraux et bactériologiques) et de réutiliser ce type de masque. Cette réflexion s’appuie également sur le fait que durant la pandémie, environ 3,4 milliards de masques ont été utilisés quotidiennement (Benson et al., 2021). Cette utilisation intensive de masques, contenant du polypropylène (ou d’autres polymères synthétiques), couplée à un certain manque de civisme, est à l’origine de conséquences environnementales car bon nombre de ces matériaux plastiques se retrouve dans la nature, notamment dans l’océan, et y augmente la pollution aux microplastiques (Akber et al., 2020; Selvaranian et al., 2021; Sullivan et al., 2021).

Tant pour ces raisons écologiques que d’approvisionnement, il est intéressant d’étudier la faisabilité d’une réutilisation des masques chirurgicaux ; masques qui après traitement doivent rester en conformité avec les exigences de la norme européenne EN 14683:2019 (Tableau 2.7). Concernant les équivalences avec d’autres standards internationaux, il est important de noter qu’un masque répondant aux critères de la norme américaine ASTM F2100-19 garantit le respect du standard européen EN 14683:2019 (le niveau 1 du standard américain correspond à des masques de type I alors que les niveaux 2 et 3 sont équivalents à des masques de type IIR). Les masques en conformité avec la norme chinoise YY/T 0969-2013 ou YY 0469-2011 ont des performances similaires aux masques chirurgicaux de type I.

Tableau 2.7: Exigences de performances des masques chirurgicaux selon la norme EN 14683:2019

	Type I	Type II	Type IIR
Efficacité de filtration bactérienne	≥ 95 %	≥ 98 %	≥ 98 %
Pression différentielle	< 40 Pa/cm ²	< 40 Pa/cm ²	< 60 Pa/cm ²
Résistance aux projections	Non nécessaire	Non nécessaire	≥ 16 kPa
Décontamination microbienne	≤ 30 cfu/g	≤ 30 cfu/g	≤ 30 cfu/g

Durant la pandémie, de nombreuses études ont été consacrées à la décontamination et la réutilisation des masques (Schumm et al., 2021). L’immense majorité des données disponibles concerne les masques FFP2 mais il est légitime de penser que les conclusions de ces études peuvent être étendues au traitement des masques chirurgicaux. Pour la conservation de leur intégrité en termes d’efficacité, de respirabilité et d’apparence, les méthodes de décontamination les plus prometteuses semblent être l’irradiation UV (Viscusi et al., 2007; Bergman et al., 2010; Liao et al., 2020), l’exposition à de l’oxyde d’éthylène (Viscusi et al., 2009; Bergman et al., 2010) ou à des vapeurs de peroxyde d’hydrogène (Viscusi et al., 2009; Bergman et al., 2010, Fisher et al., 2020; Richter et al., 2016, Cai and Floyd, 2020).

La pertinence du traitement thermique ne semble pas faire consensus puisque Liao et al. (2020) et Ou et al. (2020) montrent une conservation de l’efficacité des masques après 10 cycles de chauffage sec à des températures jusqu’à 100°C et 77°C, respectivement, alors que Fisher et al. (2020) mettent en évidence un maintien des performances seulement durant deux cycles de chauffage sec à 70°C. Ces divergences soulignent que la conservation des performances est non seulement dépendante des méthodes mais également du modèle du masque FFP2 (Rodriguez-Martinez et al., 2020).

Les traitements aux micro-ondes ou à la javel (Viscusi et al., 2007 ; Viscusi et al., 2011 ; Bergman et al., 2010) n'induisent, quant à eux, pas de changements significatifs de la pénétration et de la résistance à l'écoulement mais peuvent conduire, respectivement, à une fonte du média ou des cordons après quelques minutes et à un endommagement des barrettes nasales. Les méthodes de stérilisation en autoclave ou par immersion dans une solution alcoolique (Viscusi et al., 2007 ; Liao et al., 2020, Ou et al., 2020) dégradent les performances de filtration qui ne sont dès lors plus en conformité avec les critères normatifs. Suen et al. (2020) précisent que parmi les différents traitements, les méthodes par immersion conduisent à une perte des charges électrostatiques du masque. Pour récupérer cet effet électrostatique et augmenter l'efficacité dégradée par le traitement, Hossain et al. (2020) proposent un rechargement par champ électrique alors que Wang et al. (2020) montrent que l'utilisation d'un sèche-cheveux permet de retrouver jusqu'à 90 % des effets électret des masques.

Parmi l'ensemble des méthodes de décontamination, seul le lavage en machine semble facilement adaptable à domicile. Cette solution a ainsi été retenue pour mener des investigations sur l'influence du nombre de cycles de lavage sur l'efficacité et la respirabilité des masques chirurgicaux. Il est important de noter que les performances de désinfection (i.e. élimination des charges virales et microbiologiques) n'ont pas été étudiées mais que les procédures de lavage employées conduisent à un nombre total d'unités formant colonies inférieur à la valeur limite (30/g) préconisée dans la norme EN 14 683+AC (Alcaraz et al., 2021).

Matériels et méthodes

La respirabilité et l'efficacité de trente-six références de masques chirurgicaux ont été testées à l'état neuf et après un certain nombre de lavages à 60°C avec détergent (Charvet et al., 2022). Comme préconisé dans la norme EN 14683:2019 "Surgical masks - Requirements and test method", les échantillons ont été découpés suffisamment loin des zones de soudure du masque. L'ensemble des couches du masque (généralement trois couches non tissées en polypropylène, obtenues par les procédés de fabrication spunbond pour les couches interne et externe et meltblown pour la couche centrale) est placé dans un porte-filtre avec une surface de filtration de 28,3 cm². Cette surface est inférieure à celle préconisée dans la norme mais suffisante pour être représentative du média non tissé. Selon la norme en vigueur, une suspension de *Staphylococcus aureus* doit être nébulisée de façon à générer des gouttelettes de diamètre moyen $3 \pm 0,3 \mu\text{m}$. Ce bioaérosol est ensuite collecté sur un impacteur en cascade à 6 étages, équipé ou non à l'entrée d'un masque chirurgical. L'efficacité de filtration bactérienne (BFE) est déterminée par comptage du nombre d'unités formant colonies sur les six plateaux d'impaction, après incubation à 37°C durant 20 à 52 heures.

Cette procédure expérimentale a été adaptée à nos moyens métrologiques (générateurs et compteurs de particules) et une efficacité de filtration particulaire (PFE) et non bactérienne est ainsi mesurée. Stadnytski et al. (2020) ont montré qu'une gouttelette de 50 μm générée à partir d'un fluide contaminé par le virus SARS-CoV-2 possède 37 % de chance de contenir un virus avant déshydratation. Pour une gouttelette de 10 μm , cette probabilité chute à 0,37 % et celle de contenir plus d'un virus est négligeable. Néanmoins, selon les conditions environnementales, ces particules microniques peuvent s'évaporer, et par conséquent diminuer en diamètre et rester en suspension durant de longues périodes de temps. L'efficacité de filtration particulaire a ainsi été déterminée, non seulement pour les gouttelettes de 3 μm mais sur une plus large gamme de diamètre, allant de quelques dizaines de nanomètres à quelques micromètres ; la taille du virus SARS-CoV-2 (60-140 nm) pouvant être considérée comme la taille limite inférieure théorique.

Pour la caractérisation de l'efficacité de filtration particulaire, un aérosol micronique de DEHS (di-ethyl-hexyl-sebacate) et un aérosol submicronique de KCl ont été générés par nébulisation (AGK 2000 Palas®). La vitesse de filtration a été fixée à 9,6 cm/s (correspondant à la vitesse préconisée dans la norme EN 14683:2019) et les distributions granulométriques des particules en amont et en aval du masque chirurgical mesurées par, respectivement, un APS (Aerodynamic Particle Sizer 3321 TSI®) pour la fraction micronique et un SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer TSI, DMA 3782 TSI® + CPC 3776 TSI®) pour la fraction submicronique.

La détermination de cette efficacité (PFE) est réalisée 3 fois sur chaque échantillon (analyse de répétabilité) et au minimum 2 fois sur des échantillons différents de la même référence de masque chirurgical (analyse de reproductibilité). Toujours selon la norme EN 14683:2019, chaque échantillon doit être conditionné à une température de (21 ± 5) °C et sous une humidité relative de (85 ± 5) % durant au minimum 4 heures pour atteindre un état d'équilibre avant la caractérisation. Des analyses réalisées avec ou sans conditionnement conduisant à des résultats similaires, tant en termes d'efficacité que de perméabilité, cette étape n'a pas été appliquée par souci de simplification de la procédure. Il est important de rappeler que seule l'efficacité du matériau constitutif du masque est testée et que par conséquent les fuites au visage, inhérentes au port du masque chirurgical, ne sont pas considérées.

Une autre norme (ISO 22609:2004) décrit la procédure expérimentale pour la détermination de la résistance des masques à la pénétration de sang synthétique. Au vu du contexte sanitaire du printemps 2020, une légère adaptation a été nécessaire au dimensionnement du banc d'essais mis en œuvre. La préparation et la composition du sang synthétique ont ainsi été quelque peu modifiées, en veillant néanmoins à conserver une viscosité et une tension superficielle identiques aux valeurs préconisées.

Performances des masques chirurgicaux neufs

La perte de charge par unité de surface et l'efficacité particulaire des différentes références de masques chirurgicaux sont représentées sur la Figure 2.27. Les lignes horizontales en pointillés correspondent aux exigences normatives et les croix rouges au non-respect de celles-ci ($< x$ % pour l'efficacité et $> x$ Pa/cm² pour la pression différentielle). Les barres d'erreur indiquent l'écart-type sur les valeurs de respirabilité et d'efficacité particulaire à 3 µm. Les mesures réalisées sur différents masques d'un même lot et/ou différents échantillons d'un même masque donnent ainsi une indication sur l'hétérogénéité du matériau non tissé.

Certaines références apparaissent insuffisamment respirables et donc en désaccord avec les exigences normatives. Le protocole opératoire légèrement différent de la procédure normative et les hétérogénéités des matériaux non tissés expliquent certainement ces pressions différentielles trop importantes. L'inter-comparaison des différentes références de masques met en évidence de très fortes hétérogénéités de respirabilité malgré des structures similaires (spunbond / meltblown / spunbond). Si l'efficacité particulaire est elle-aussi référence-dépendante, les valeurs obtenues (> 99 %) sont très nettement supérieures aux recommandations de la norme, y compris pour les masques chirurgicaux de type I. Les tests avec un aérosol liquide de DEHS, moins chronophages et contraignants, peuvent donc être considérés comme une alternative crédible aux tests avec un bioaérosol pour lesquels les incertitudes sont nombreuses (Pourchez et al., 2021 ; Fouqueau et al., 2023). Seule une référence présente une efficacité inférieure à 98 % mais cette conclusion est à modérer au vu de la variabilité des efficacités traduisant de fortes hétérogénéités structurales.

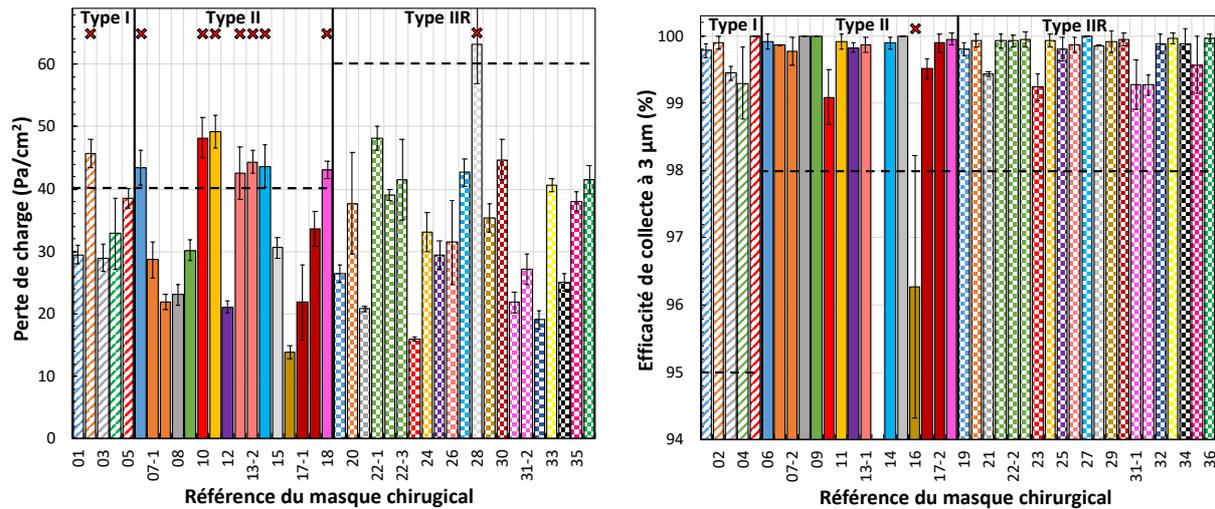


Figure 2.27: Pression différentielle et efficacité de filtration à 3 µm de 36 références de masques chirurgicaux (Charvet et al., 2022)

Une analyse statistique des résultats expérimentaux par le test de Mann-Whitney a montré que, malgré des exigences de performances variables, les masques chirurgicaux de type I, II et IIR ne présentent pas une efficacité à 3 µm et une respirabilité significativement différentes les uns des autres. Si ces performances ne semblent pas être influencées par le type de masque chirurgical, l’analyse met en évidence davantage de similarité entre les masques de type II et IIR, tant en termes d’efficacité que de pression différentielle.

L’efficacité fractionnelle des différentes références de masques chirurgicaux a été mesurée sur une large plage granulométrique (cf. Figure 2.28). Les analyses étant réalisées par des granulomètres fonctionnant sur des principes de mesure différents, le diamètre de l’axe des abscisses correspond à un diamètre équivalent en mobilité électrique sur la gamme 20-500 nm (mesures SMPS) et à un diamètre aérodynamique pour les particules microniques (mesures APS). Malgré tout, les réponses des instruments semblent être en relativement bon accord. En effet, la masse volumique des particules sphériques de DEHS étant proche de l’unité, les diamètres aérodynamiques et équivalents en mobilité électrique sont peu différents.

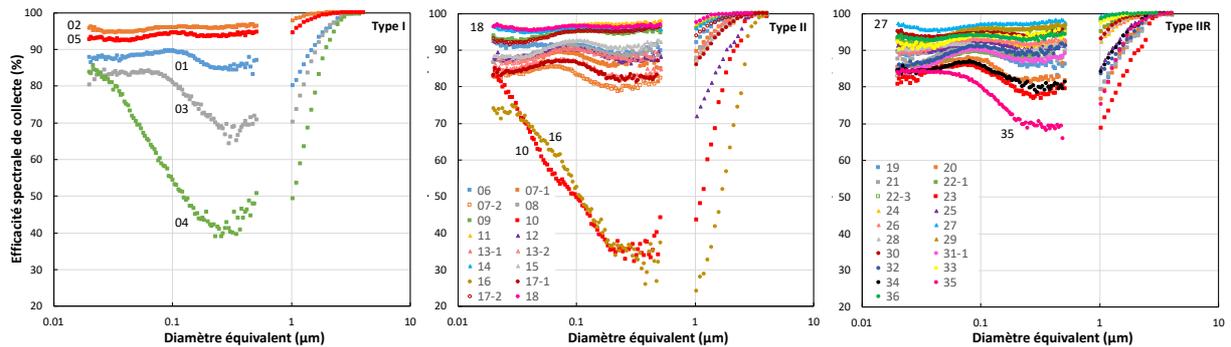


Figure 2.28: Efficacité spectrale des masques chirurgicaux de type I, II et IIR (Charvet et al., 2022)

Les masques chirurgicaux étant constitués de matériaux non tissés, leur efficacité spectrale se présente classiquement sous forme de U avec une MPPS (Most Penetrating Particle Size) entre 200 et 500 nm, de par la contribution des mécanismes de collecte principaux que sont la diffusion brownienne, l'impaction inertielle, l'interception et les effets électrostatiques. Selon les références de masques, d'importantes hétérogénéités des performances sont à souligner. L'efficacité de collecte et la MPPS étant dépendantes de la structure fibreuse (compacité, épaisseur, distribution de taille de fibres), l'explication se situe probablement dans la qualité des couches de meltblown et spunbond. Si l'efficacité spectrale des masques chirurgicaux est, pour l'immense majorité des références, supérieure à 80 % sur toute la gamme de taille de particules, quelques références présentent des efficacités inférieures à 40 % à la MPPS. Ces évolutions très marquées pourraient provenir de l'absence de charges électrostatiques à la surface des fibres pour ces masques chirurgicaux.

Performances des masques chirurgicaux lavés

La respirabilité et l'efficacité de filtration des masques chirurgicaux de type IIR lavés à 60°C avec détergent sont représentées sur la Figure 2.29. Quelle que soit la référence, le premier cycle de lavage induit une légère baisse de la pression différentielle. Comme il existe un lien entre respirabilité et efficacité de filtration particulaire (Bourrous et al., 2021), la modification de la perméabilité de la structure non tissée entraîne une diminution de l'efficacité à 3 µm. A noter que pour les masques de type I et II, les mêmes tendances sont observées. Au-delà d'un cycle et jusqu'à 10 lavages, i.e. nombre maximal de lavages testé, les performances restent constantes tant en efficacité de collecte qu'en perte de charge.

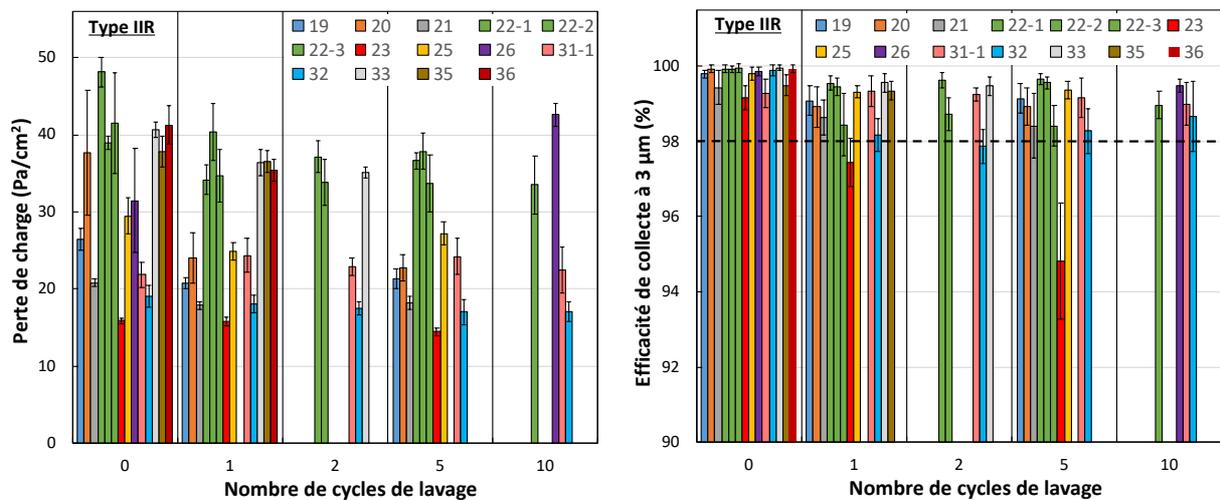


Figure 2.29: Pression différentielle et l'efficacité de filtration à 3 µm des masques chirurgicaux de type IIR (Charvet et al., 2022)

Un test statistique de Mann and Whitney a été réalisé pour déterminer si le lavage est à l'origine d'une baisse significative des performances. Cette analyse, référence par référence, montre que les résultats obtenus, tant pour la respirabilité que pour l'efficacité de filtration à 3 µm, ne sont pas significativement différents avant et après lavage, pour la majorité des masques chirurgicaux. Pour les références 10 et 13-1, la diminution significative de la pression différentielle après 5 lavages n'engendre pas une baisse significative de l'efficacité de filtration particulaire à 3 µm. La référence 16, déjà préalablement identifiée comme peu efficace et très hétérogène, subit une baisse significative de l'efficacité. Le manque de masques à disposition ne nous a pas permis de tester davantage d'échantillons et de conclure définitivement sur l'influence du lavage sur cette référence.

Enfin, la référence 23, dont l'efficacité chute considérablement après 5 lavages, possède la particularité d'être constituée de couches interne et externe en cellulose. Cette caractéristique peut expliquer une dégradation plus précoce des performances, comparativement aux masques chirurgicaux en polypropylène.

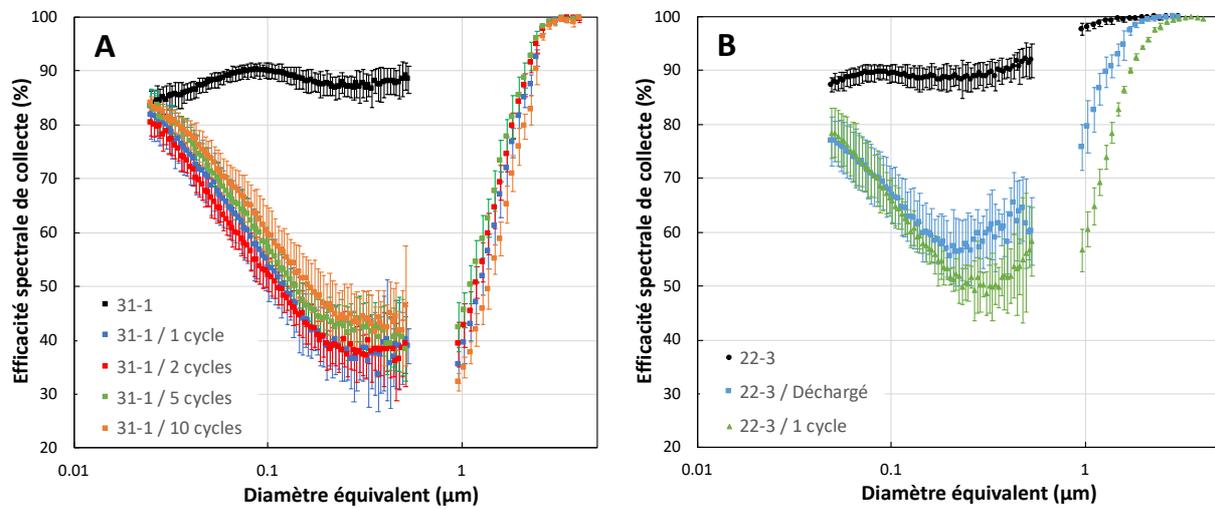


Figure 2.30: Efficacité spectrale d'un masque chirurgical de type IIR A) lavé 1 à 10 fois ; B) lavé et déchargé dans un bain d'isopropanol (Charvet et al., 2022)

Si l'efficacité de collecte pour des particules de 3 µm reste supérieure à 95 ou 98 % quel que soit le type de masque chirurgical et le nombre de lavages, les performances sont affectées par le lavage pour les particules de taille inférieure (cf. Figure 2.30A). La présence d'une couche intermédiaire de meltblown constitué de fibres de polypropylène chargées contribue à l'efficacité par des effets électrostatiques. La perte d'efficacité, visible uniquement lors du premier lavage, s'explique par la suppression des effets électrostatiques. En effet, un masque déchargé par immersion dans un bain d'isopropanol présente les mêmes performances qu'un masque ayant subi un cycle lavage à 60°C avec détergent (cf. Figure 2.30B). Par ailleurs, des essais réalisés sur la référence 16, neuve et lavée, mettent en évidence des performances similaires sur tout le spectre granulométrique et confirment ainsi l'absence de charges surfaciques sur cette référence.

Une mesure de la charge globale de fibres de polypropylène d'un masque FFP2 a été réalisée avec une sonde de Kelvin au CINAM (Université de Marseille). Le potentiel de surface moyen, de l'ordre de -500 V pour un masque FFP2 neuf décroît jusqu'à une valeur proche de -20 V après un cycle de lavage. Cette expérience confirme ainsi la neutralisation des charges et la perte de l'effet électret des masques lavés. Comme le lavage de masques sans détergent maintient le même niveau de performances que les masques neufs, la perte des charges électrostatiques n'est pas imputable à l'immersion dans l'eau lors du lavage mais à la présence de surfactants cationiques dans les lessives. Ces composés possèdent d'excellentes propriétés antistatiques et sont généralement employés pour prévenir l'accumulation de charges et rendre les surfaces textiles plus conductrices (Murphy, 2015 ; Mishra and Tyagi, 2007). La charge positive des surfactants cationiques (Agarwal et al., 2012) renforce les résultats obtenus à la sonde de Kelvin. Des visualisations par microscopie électronique à balayage (MEB) ainsi que des analyses par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) sur des masques FFP2 lavés mettent en évidence des résidus de surfactant (principalement constitués de Fe, Mg, Al et Si) et un film organique (principalement constitué de C, O, N) déposé à la surface des fibres. Ces dépôts, également observés par Parvinzadeh et Hajiraissi (2008) ainsi que par Obendorf et al. (2009), contribuent sans aucun doute à la neutralisation des charges électrostatiques suite au lavage des masques.

Les tests de résistance à la projection de sang synthétique ont été réalisés sur des masques chirurgicaux lavés dans les conditions décrites par la norme ISO 22609. A noter, qu'au vu du contexte sanitaire et de la pénurie de masques, les essais n'ont été répétés qu'une fois alors que la norme préconise de réaliser l'expérience sur 30 masques. Des observations visuelles montrent qu'après un ou deux lavages, les masques de type IIR préservent leur propriété de résistance aux projections, c'est-à-dire qu'aucune trace de sang n'est détectée sur la face interne du masque 10 secondes après la projection. Cependant, la fonction protectrice de la première couche est dégradée après 4 lavages, le sang synthétique pénétrant dans le masque et s'accumulant dans sa partie inférieure. Après davantage de lavages, l'accumulation devient telle que le sang parvient à traverser les trois couches lors du tamponnage de la couche interne.

La mesure de l'angle de contact entre une goutte de sang synthétique et un masque (référence 30) montre que le lavage modifie les propriétés de surface des masques chirurgicaux. L'angle de contact évolue en effet d'une valeur supérieure à 90° (propriété hydrophobe) à une valeur inférieure à 90° (propriété hydrophile) suite aux lavages (cf. Figure 2.31). Cette modification de l'état de surface, cohérente avec les conclusions précédentes sur l'état de charge des fibres, aboutit à une perte de la résistance aux projections après quelques lavages, quelle que soit la référence du masque chirurgical de type IIR.

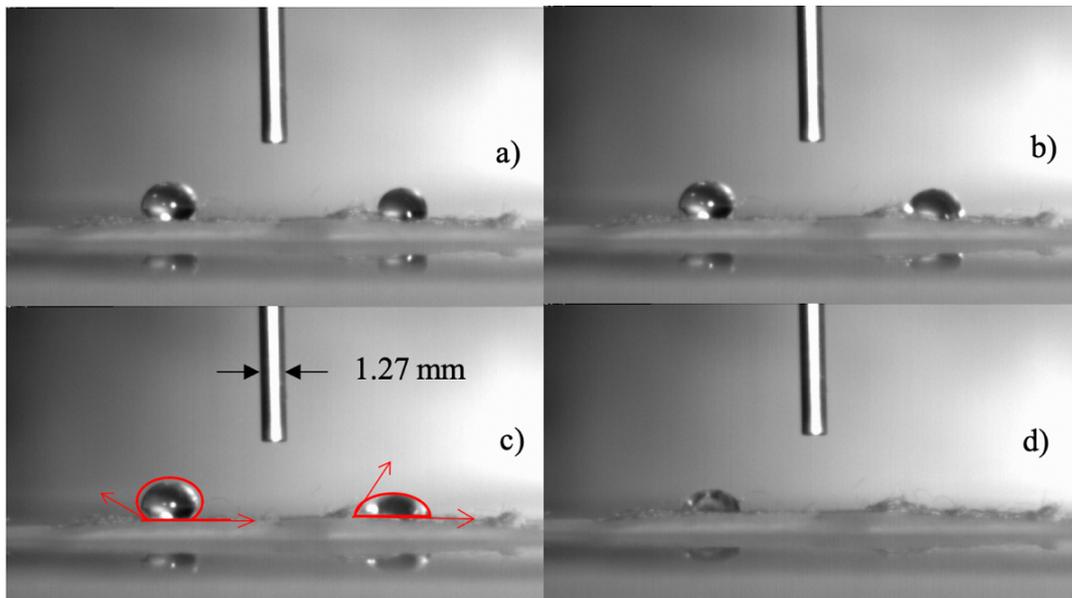


Figure 2.31 : Comparaison de l'angle de contact de gouttes de sang synthétique avec la surface d'un masque neuf (gauche) et lavé 9 fois (droite) après a) 2 s; b) 30 s; c) 2 min 30 s et d) 5 min (Charvet et al., 2022)

Conclusion

La comparaison d'une trentaine de références de masques chirurgicaux a permis de mettre en évidence une certaine variabilité de l'efficacité de filtration particulaire et de la respirabilité, tant entre références qu'entre masques d'un même lot. La qualité des couches de spunbond et meltblown, et notamment l'absence de charges électrostatiques à la surface des fibres pour certains masques, explique cette fluctuation des performances. Par ailleurs, aucune différence statistiquement significative n'a été mise en évidence entre les masques chirurgicaux de type I, II et IIR.

Le lavage, probablement le traitement le plus aisément adaptable au domicile de tout un chacun, induit une légère chute de l'efficacité pour des particules de 3 μm , quelle que soit la référence du masque chirurgical. Les performances restent néanmoins constantes au-delà d'un et jusqu'à 10 cycles de lavage. Si l'efficacité de filtration particulaire à 3 μm reste supérieure à 95 % ou 98 %, quels que soient le type de masque et le nombre de lavages, les performances de séparation sont affectées pour les particules les plus fines. Le traitement cause en effet une neutralisation de l'effet électret des masques chirurgicaux et une perte de son hydrophobicité. Le lavage des masques chirurgicaux peut s'avérer une solution viable en cas de pénuries de ces équipements à usage unique mais aussi pour réduire la consommation de matériaux plastiques. Aussi longtemps que les élastiques et les barrettes nasales résistent et que le peluchage ne dégrade pas le confort du port, le niveau de protection et de respirabilité d'un masque chirurgical lavé est similaire à celui d'un masque neuf. Cependant, la perte des propriétés de résistance aux projections après lavage proscrit le port de masques IIR lavés par les personnels soignants dans les blocs opératoires et durant les soins ou manipulations pouvant les exposer à des projections de fluides corporels.

2.5. Perspectives de recherche liées à la filtration

Les médias fibreux, constitués d'un enchevêtrement de fibres majoritairement placées perpendiculairement à l'écoulement, sont de par leur relatif faible coût énergétique associé à une performance élevée le procédé de dépoussiérage le plus usité dans le monde industriel. Malgré leur importance et leur prépondérance sur le marché du dépoussiérage, l'amélioration de leurs performances initiales, de leur décolmatage et de leur durée de vie restent des volets importants de la recherche industrielle dans le domaine. Les enjeux de cette recherche sont notamment de disposer de modèles permettant de prédire les performances initiales de filtres industriels quelles que soient les conditions de vitesse de filtration et les tailles des particules à séparer. Disposer de modèles robustes tant pour la perméabilité que pour l'efficacité de collecte est indispensable pour une meilleure caractérisation de l'efficacité des filtres des installations industrielles mais également pour réaliser de l'ingénierie inverse. Ces modèles prédictifs pourraient en effet permettre la conception et la fabrication de filtres aux propriétés (compacité, diamètre des fibres, épaisseur) adaptées aux applications et aux performances souhaitées.

Un premier axe de travail porte sur la détermination a priori de la perte de charge d'un filtre à fibres. La prédiction de la perméabilité d'un média est en effet un préalable indispensable à la modélisation des interactions filtre-particules. Les modèles existants, généralement basés sur l'hypothèse ne permettent pas de modéliser de façon satisfaisante la perte de charge de filtres commerciaux. Les principaux biais reposent sur la difficulté de déterminer précisément les paramètres d'entrée de ces modèles (épaisseur, distribution de fibres, compacité, ...) et l'utilisation de propriétés globales (diamètre des fibres) pour caractériser une structure complexe et hautement hétérogène. Le recours à un outil numérique de simulation d'écoulements en milieu poreux (GeoDict®) permet de générer différentes structures fibreuses parfaitement maîtrisées pour caractériser à la fois les écoulements et les interactions fibres/particules à des échelles non accessibles aux techniques expérimentales. L'originalité de l'approche développée dans l'équipe est de se servir de cet outil pour mener des expérimentations numériques et construire une base de données pour le développement de modèles. Ces études numériques sur des structures fibreuses ont déjà permis d'établir des corrélations de perméabilité avec prise en compte de la distribution normale ou log-normale de taille des fibres. L'objectif, à court et moyen termes, est notamment d'étendre les corrélations au cas des distributions multimodales avec ou sans distribution de taille de fibres.

En effet, si des études se sont intéressées à la présence d'un mélange de deux types de fibres monodispersées, aucun consensus n'apparaît sur la façon d'estimer la perméabilité d'un tel média et notamment sur le choix du diamètre équivalent à implémenter dans les modèles. Ce travail devra s'accompagner d'une validation expérimentale des futures corrélations sur des médias modèles ou réels mais parfaitement caractérisés. Si un recours à la fabrication additive est complexe au vu des échelles de taille de fibres mises en jeu, l'utilisation de la microtomographie coupeuse et limitée à une caractérisation très localisée ce qui pose question pour la représentativité de l'échantillon analysé, la fabrication de formettes à partir de fibres commerciales semble être la solution la plus adaptée à notre problématique. Sous réserve d'homogénéité des structures fibreuses formées, cette méthode permettrait de maîtriser tant le grammage, l'épaisseur, la taille et la fraction volumique des fibres (ou du mélange de fibres) et donc de confronter la perméabilité de ces filtres aux données de modélisation et des simulations numériques.

Un second axe de recherche porte sur le développement et la validation de modèles d'efficacité de collecte. En effet, il est nécessaire de tenir compte de la complexité structurale du filtre et, en particulier, de l'impact de la polydispersité des fibres sur les écoulements et donc l'efficacité de filtration par les principaux mécanismes de collecte (diffusion, impaction, interception). Compte-tenu de la multiplicité des paramètres d'influence, l'approche par expérimentations numériques, est actuellement mise en œuvre et sera poursuivie afin de caractériser les interactions fibres/particules à des échelles non accessibles aux techniques expérimentales. L'objectif de ce travail, mené dans le cadre d'un programme commun de recherche avec l'IRSN, est de créer une banque de données numériques pour, par la suite, développer des corrélations robustes et applicables sur un large panel de structures de médias. En effet, de nombreux modèles théoriques, empiriques et semi-empiriques, existent pour chacun des mécanismes de collecte et peuvent conduire à des résultats très différents, car développés pour des caractéristiques structurelles particulières (gamme de compacité et de taille de fibres, orientation des fibres par rapport à l'écoulement, ...). Si ces expérimentations numériques vont aboutir à très court terme à une nouvelle corrélation pour le mécanisme diffusif, un travail d'ampleur reste à mener tant pour l'extension de ces modèles à des médias possédant une distribution de taille de fibres que pour l'application à d'autres mécanismes de collecte des aérosols dans les médias fibreux (interception, inertie, effets électrostatiques). Les principaux verrous seront certainement (i) la difficulté à isoler l'influence relative de chaque mécanisme de collecte dans les gammes de taille où ils contribuent simultanément à l'efficacité de collecte ; (ii) la prise en compte, dans les simulations, des charges électriques portées à la fois par les fibres et par les particules.

Une autre perspective concerne la caractérisation de l'influence des hétérogénéités structurales des filtres (compacité locale, micro-perforation, ...). En effet, en raison des différentes étapes de fabrication de ces filtres (electrospinning, aiguillage, calandrage, ...), il est illusoire de penser qu'ils possèdent une structure homogène tant sur leur surface que dans leur épaisseur. Par ailleurs, pour retarder le colmatage de ces filtres et réduire la perte de charge, les installations de dépoussiérage sont généralement équipées de filtres à fibres plissés pour augmenter la surface de filtration tout en limitant l'encombrement. Cette méthode de plissage des filtres conduit également à des hétérogénéités locales dans la distribution des fibres et donc la compacité. Cette caractéristique du filtre étant un paramètre clé car lié à l'écoulement dans la structure fibreuse, il est essentiel de connaître les impacts d'hétérogénéités locales de compacité sur la performance globale d'un filtre. En effet, les corrélations habituellement utilisées pour prédire les performances en termes de perte de charge initiale et d'efficacité fractionnelle d'un milieu fibreux considèrent un filtre parfaitement homogène avec des propriétés structurelles globales et montrent donc certains écarts par rapport aux performances réelles des médias fibreux.

L'utilisation de l'outil numérique est là encore une perspective séduisante pour étudier l'effet des hétérogénéités locales sur la perméabilité et l'efficacité de filtration de structures fibreuses tridimensionnelles. Le logiciel GeoDict® peut en effet permettre l'introduction d'hétérogénéités aussi bien en surface que dans la profondeur de la structure tridimensionnelle, par association en série et/ou en parallèle de sous-structures de compacité variable (Figure 2.32).

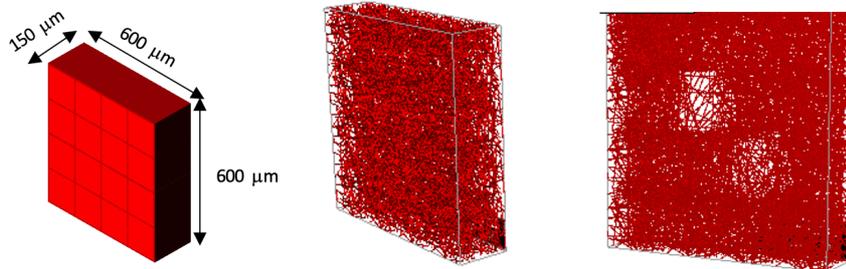


Figure 2.32 : Représentation schématique d'un média monocouche constitué de 16 sous-domaines (gauche) ; Structure homogène (centre) ; Structure avec deux hétérogénéités surfaciques de faible compacité (droite)

Une étude préliminaire, d'ores et déjà initiée (Rathore et al., 2023), a mis en évidence un impact non négligeable d'hétérogénéités locales de compacité sur les performances d'un média fibreux, tant en termes de perméabilité que d'efficacité. Si la fraction d'hétérogénéités est prépondérante, leur localisation ne semble pas influencer outre mesure l'écoulement au travers d'une structure fibreuse monocouche. Le travail devra être consolidé pour un plus grand nombre de configurations et poursuivi plus en avant dans le cas de médias multicouches et donc de présence d'hétérogénéités dans la profondeur du média. Les résultats de simulation devront également être confrontés à des données expérimentales, sous réserve du développement d'une technique de caractérisation des hétérogénéités locales de compacité.

Enfin, concernant le travail engagé sur les masques, si par leur meilleure étanchéité au visage, les masques FFPx sont indéniables les plus efficaces pour limiter les contaminations lors d'un épisode épidémique, il paraît illusoire d'imposer leur port en espaces clos à l'ensemble de la population de par le relatif inconfort engendré. Les efforts de recherche méritent probablement d'être portés vers les autres types de masques. Même si le lavage des masques chirurgicaux devait devenir la norme pour le grand public (en milieu médical, la perte de certaines propriétés et la logistique à mettre en œuvre rendent plus complexes leur réutilisation), leur dégradation progressive (peluchage, casses des élastiques et barrettes) et leur remplacement régulier nécessiteront le maintien d'une production mondiale de masse de ces matériaux non biodégradables ce qui n'est pas sans poser des problèmes de pollutions tant au niveau de la fabrication (matières premières, effluents industriels) que de leur élimination (incinération). La problématique principale pour ce type de masques semble donc davantage le développement de filières de récupération à grande échelle (comme pour les piles par exemple) et de recyclage que l'amélioration de performances de filtration déjà satisfaisantes.

Pour atteindre des performances comparables aux masques chirurgicaux, les masques barrière, plus écoresponsables car réutilisables jusqu'à 100 fois, nécessite un réel travail d'innovation tant en termes de structure fibreuse que de matériau. Dans une optique de réduction de la consommation de masques jetables, un premier travail de développement de médias biodégradables et recyclables a été mené avec le CETELOR dans le cadre du projet RESI-OptiPI (financement ANR – Région Grand-Est).

Dans un objectif d'optimum de fabrication, idéalement applicable en industrie, la mise en œuvre de plusieurs méthodes de production et de finition, a permis l'obtention d'un média non-tissé à base de lin et de PLA (acide polylactique) présentant des perméabilités et efficacités de collecte similaires à celles d'un masque chirurgical de type II. Malgré une certaine rigidité, la facilité de pliage du non-tissé permet d'envisager un moulage du produit final en coque ou en bec de canard (comme pour les masques FFPx). L'application d'un plan d'expériences associés à des mesures d'efficacités pourrait permettre d'optimiser davantage les performances et de mettre en évidence les influences respectives des différents paramètres opératoires de fabrication : température, temps de pressage, pression, grammage et ratio de fibres lin/PLA. Par ailleurs, le diamètre des fibres étant le paramètre gouvernant l'efficacité de collecte d'un matériau non-tissé, une des perspectives du projet serait la fabrication de média à base de fibres d'ortie, plus fines que les fibres de lin. De plus, cela permettrait de mobiliser une autre ressource biosourcée, aujourd'hui encore en développement. Le PLA, matériau fondant partiellement lors de la fabrication, pourrait en outre permettre de souder les différentes parties d'un masque et ainsi d'éviter au maximum les fuites au visage, principales causes de la modeste efficacité de protection des masques. Enfin, en plus de ce travail d'amélioration structurelle, l'effet de l'humidité doit être investigué. En effet, les normes actuelles valident l'efficacité du matériau constitutif du masque vis-à-vis de particules en suspension dans un air sec (ou très peu chargé en vapeur d'eau), or il est évident que, lors de leur port, ces masques sont en contact avec de l'air expiré donc fortement concentré en vapeur d'eau. Le gradient de température et d'humidité relative entre l'intérieur du masque et l'environnement extérieur peut également influencer sur de possibles phénomènes de condensation. Il est ainsi important d'étudier l'influence de ces paramètres pour s'assurer que l'efficacité mesurée en laboratoire pour valider la mise sur le marché de masques se rapproche de l'efficacité réelle du matériau lors de son utilisation en tant que masque.

Références

- Agarwal G., Perwuelz A., Koehl L., Lee K. S. (2012). Interaction between the surface properties of the textiles and the deposition of cationic softener. *Journal of Surfactants and Detergents* 15:97-105.
- Akber A.S., Khalil A.B., Arslan M. (2020). Extensive use of face masks during COVID-19 pandemic: (micro) plastic pollution and potential health concerns in the Arabian Peninsula. *Saudi Journal of Biological Sciences* 27:3181-3186.
- Alcaraz J.-P., Le Coq L., Pourchez J., Thomas D., Chazelet S., Boudry I., Barbado M., Silvent S., Dessale C., Antoine F., Guimier-Pingault C., Cortella L., Rouif S., Bardin-Monnier N., Charvet A., Dufaud O., Leclerc L., Montigaud Y., Laurent C., Verhoeven P., Joubert A., Bouhanguel A., Andres Y., Gaffé J., Martin D.K., Huet C., Boisset S., Maurin M., Rumeau P., Charlot F., Richaud E., Moreau-Gaudry A., Bonnetterre V., Cinquin P., Landelle, C. (2022). Reuse of medical face masks in domestic and community settings without sacrificing safety: Ecological and economical lessons from the Covid-19 pandemic. *Chemosphere* 288:132364.
- Almeida E., Morcillo M., Rosales B. (2000). Atmospheric corrosion of zinc Part 1: Rural and urban atmospheres. *British Corrosion Journal* 35:284-288.
- Armendariz A. J., Leith D. (2002). Concentration measurement and counting efficiency for the aerodynamic particle sizer 3320. *Journal of Aerosol Science* 33(1):133–148.
- Asadi S., Wexler A. S., Cappa C. D., Barreda S., Bouvier N. M., Ristenpart W. D. (2019). Aerosol emission and superemission during human speech increase with voice loudness. *Scientific Reports* 9(1):1-10.
- Asadi S., Bouvier N., Wexler A. S., Ristenpart W. D. (2020). The coronavirus pandemic and aerosols: Does COVID-19 transmit via expiratory particles? *Aerosol Science and Technology* 54(6):635-638.
- Azimian M., Kühnle C., Wiegmann A. (2018). Design and optimization of fibrous filter media using lifetime multipass simulations. *Chemical Engineering and Technology* 41:1-9.
- Barhate R.S., Ramakrishna S. (2007). Nanofibrous filtering media: Filtration problems and solutions from tiny materials. *Journal of Membrane Science* 296:1-8.
- Becker J., Waldenmaier M. (2001). New cleanable, corrugated filter medium viledon FE 2507-sine: initial performance. *Filtration & Separation* 38:22-24.
- Bémer D., Morele Y., Régnier R. (2015). Filtration of ultrafine metallic particles in industry. *Environmental Technology* 36:2374-2380.
- Benson J.D., Crofoot D.G., Gogins M.A., Weik T.M. (2004). Filter structure with two or more layers of fine fiber having extended useful service life, US Patent N° 6, 746, 517 B2.
- Benson N.U., Basse D.E., Palanisami T. (2021). COVID pollution: impact of COVID-19 pandemic on global plastic waste footprint. *Heliyon* 7:e06343.
- Bergman W., Taylor R.D., Miller H.H., Biermann A.H., Hebard H.D., Da Roz R.A., Lum B.Y. (1978). Enhanced filtration program at LLL - A progress report, 15th DOE Nuclear Air Cleaning Conference.
- Bergman M.S., Viscusi D.J., Heimbuch B.K., Wander J.D, Sambol A.R., Schaffer R.E. (2010). Evaluation of Multiple (3-Cycle) Decontamination Processing for Filtering Facepiece Respirators. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics* 5:33-41.
- Bourouiba L., Dehandschoewercker E., Bush J.W.M. (2014). Violent expiratory events: on coughing and sneezing. *Journal of Fluid Mechanics* 745:37-563.

Bourrous S., Bouilloux L., Ouf F.X., Appert-Collin J.C., Thomas D., Tampère L., Morele Y. (2014). Measurement of the nanoparticles distribution in flat and pleated filters during clogging. *Aerosol Science and Technology* 48:392-400.

[Bourrous S., Barrault M., Mocho V., Poirier S., Ouf F.X., Bardin-Monnier N., Charvet A., Thomas D., Bescond A., Fouqueau A., Mace T., Gaie-Levrel F. \(2021\). A performance evaluation and inter-laboratory comparison of community face coverings media in the context of COVID-19 pandemic. *Aerosol and Air Quality Research* 21:200615.](#)

Brown R. C. (1993). *Air Filtration: An Integrated Approach to the Theory and Applications of Fibrous Filters*. Pergamon Press, Oxford, UK.

Brown R.C., Thorpe A. (2001). Glass-fibre filters with bimodal fibre size distribution. *Powder Technology* 118 (1-2):3-9.

Cai C., Floyd E. L. (2020). Effects of Sterilization with Hydrogen Peroxide and Chlorine Dioxide on the Filtration Efficiency of N95, KN95, and Surgical Face Masks. *JAMA network open* 3(6):e2012099.

Cao G., Orrù R. (2014). *Current Environmental Issues and Challenges*. Springer Netherlands, Dordrecht.

CEN (2020). CEN workshop agreement: Community face coverings - Guide to minimum requirements, methods of testing and use. CWA 17553.

Chapman R.L. (1995). Multilayer composite air filtration media, US Patent N° 5, 419, 953.

[Charvet A., Bau S., Paez Coy N.-E., Bémer D., Thomas D. \(2014\). Characterizing the effective density and primary particle diameter of airborne nanoparticles produced by spark discharge using mobility and mass measurements \(tandem DMA/APM\). *Journal of Nanoparticle Research* 16:2418.](#)

[Charvet A., Pacault S., Bourrous S., Thomas D. \(2018\). Association of fibrous filter for aerosol in predominant Brownian diffusion conditions. *Separation and Purification Technology* 207:420-426.](#)

[Charvet A., Bardin-Monnier N., Thomas D., Dufaud O., Pfrimmer M., Barrault M., Bourrous S., Mocho V., Ouf F.X., Poirier S., Jeanmichel L., Segovia C., Ferry D., Grauby O. \(2022\). Impact of washing cycles on the performance of face masks, *Journal of Aerosol Science* 160:105914.](#)

Chazelet S., Pacault S. (2021). Efficiency of Community Face Coverings and Surgical Masks to Limit the Spread of Aerosol. *Annals of Work Exposures and Health* 66:495-509.

Chen S., Chen D.R. (2017). Annular-slit nozzles for reverse flow cleaning of pleated filter cartridges. *Separation and Purification Technology* 177:182-191.

Chen S., Wang Q., Chen D.R. (2017). Effect of pleat shape on reverse pulsed-jet cleaning of filter cartridges. *Powder Technology* 305:1-11.

Cho H., Youn J.-S., Oh I., Jung Y.-W., Jeon K.-J. (2020). A new air-washing method to clean fabric filters clogged with submicron fume particles: A pilot-scale study. *Journal of Hazardous Materials* 383:121186.

Clague D.S., Phillips R.J. (1997). A numerical calculation of the hydraulic permeability of three-dimensional disordered fibrous media. *Physics of Fluids* 9:1562.

Clapp P. W., Sickbert-Bennett E. E., Samet J. M., Berntsen J., Zeman K. L., Anderson D. J., Weber D. J., Bennett W. D. (2020). Evaluation of Cloth Masks and Modified Procedure Masks as Personal Protective Equipment for the Public During the COVID-19 Pandemic. *JAMA Internal Medicine*, 27599:17.

Clift R., Seville J.P.K. (1993). *Gas Cleaning at High Temperatures*, Springer Netherlands, Dordrecht.

- Coury J.R., Aguiar M.L. (1995). Rupture of dry agglomerates. *Powder Technology* 85:37-43.
- Del Fabbro L., Laborde J., Merlin P., Ricciardi L. (2002). Air flows and pressure drop modelling for different pleated industrial filters. *Filtration & Separation* 39:34-40.
- Elmoe T.D., Tricoli A., Grunwaldt J.-D., Prastinis S.E. (2009). Filtration of nanoparticles; evolution of cake structure and pressure-drop. *Journal of Aerosol Science* 40:965-981.
- Fears A. C., Klimstra W. B., Duprex P., Hartman A., Weaver S. C., Plante K. S., Mirchandani D., Plante J. A., Aguilar P. V., Fernández D., Nalca A., Totura A., Dyer D., Kearney B., Lackemeyer M., Bohannon J. K., Johnson R., Garry R. F., Reed D. S., Roy C. J. (2020). Persistence of Severe Acute Respiratory Syndrome Coronavirus 2 in Aerosol Suspensions. *Emerging Infectious Diseases*, 26(9):2168-2171.
- First M.W., Silverman L. (1963). Predicting the performance of cleanable industrial fabric filters. *Journal of the Air Pollution Control Association* 13:581-586.
- Fischer R.J., Morris D.H., Van Doremalen N., Sarchette S., Matson M.J., Bushmaker T., Yinda C.K., Seifert S.N., Gamble A., Williamson B.W., Judson S.D., de Wit E., Lloyd-Smith J.O., Munster V.J. (2020). Effectiveness of N95 Respirator Decontamination and Reuse against SARS-CoV-2 Virus. *Emerging Infectious Diseases* 26(9):2253-2255.
- [Fouqueau A., Pourchez J., Leclerc L., Peyron A., Montigaud Y., Verhoeven P., Macé T., Bescond A., Thomas D., Charvet A., Ghijssels M., Hars P., Polyn F., Gaie-Levrel F. \(2023\). Inter-laboratory Comparison between Particle and Bacterial Filtration Efficiencies of Medical Face Masks in the COVID-19 Context. *Aerosol and Air Quality Research* 23\(2\):220252.](#)
- Gervais P.C., Bardin-Monnier N., Thomas D. (2012). Permeability modeling of fibrous media with bimodal fiber size distribution. *Chemical Engineering Science* 73:239-248.
- Gervais P.C., Bourrous S., Dany F., Bouilloux L., Ricciardi L. (2015). Simulations of filter media performances from microtomography based computational domain. Experimental and analytical comparisons. *Computers and Fluids* 116:118-128.
- Goodfellow H.D., Geren R.J., Food E.F.C. (1978). Application of fabric filters at high air-to-cloth ratios on metallurgical fumes, in: *The User and Fabric Filtration Equipment III, APCA Speciality Conference Proceedings*. Buffalo, NY.
- Graedel T.E. (1989). Corrosion mechanisms for zinc exposed to the atmosphere. *Journal of Electrochemical Society* 136:139-203.
- Gralton J., Tovey E., McLaws M. L., Rawlinson W. D. (2011). The role of particle size in aerosolised pathogen transmission: A review. *Journal of Infection* 62(1):1-13.
- Hajar S., Rashid M., Nurnadia A., Ammar M.R. (2015). The characteristics of a formulated filter aids for fabric filters. *Powder Technology* 283:315-320.
- Hau C.W.Y., Leung W.W.F. (2016). Experimental investigation of backpulse and backblow cleaning of nanofiber filter loaded with nano-aerosols. *Separation Science and Technology* 163:30-38.
- He R., Gao L., Trifonov M., Hong, J. (2021). Aerosol generation from different wind instruments. *Journal of Aerosol Science*, 151:105669.
- Horst D., Zhang Q., Schmidt E. (2019). Deliquescence and efflorescence of hygroscopic salt particles in dust cakes on surface filters. *Chemical Engineering & Technology* 42:2348-2357.
- Hossain E., Bhadra S., Jain H., Das S., Bhattacharya A., Ghosh S., Levine D. (2020). Recharging and rejuvenation of decontaminated N95 masks, *Physics of Fluids* 32:093304.

Iliev O., Kirsch R., Osterroth S. (2018). Combined depth and cake filtration model coupled with flow simulation for flat and pleated filters. *Chemical Engineering and Technology* 41:70-78.

Irwin M. (2007). *Handbook of Nonwoven Filter Media*. Elsevier.

Johnson G. R., Morawska L., Ristovski Z. D., Hargreaves M., Mengersen K., Chao C. Y. H., Wan M. P., Li Y., Xie X., Katoshevski D., Corbett S. (2011). Modality of human expired aerosol size distributions. *Journal of Aerosol Science*, 42(12):839-851.

Kang S., Lee H., Kim S.-C., Chen D.-R., Liu D. Y. H. (2019). Modelling of fibrous filter media for ultrafine particle filtration. *Separation and Purification Technology* 209:461-469.

[Khirouni N., Charvet A., Thomas D., Bémer D. \(2020\). Regeneration of dust filters challenged with metallic nanoparticles: influence of atmospheric aging. *Process Safety and Environmental Protection* 138 :1-8.](#)

Khirouni N. (2021). Étude de la régénération par jet-pulsé des cartouches filtrantes colmatées par des particules ultrafines métalliques. Thèse de doctorat de l'Université de Lorraine.

Kim C.S., Bao L., Okuyama K., Shimada M., Niinuma H. (2006). Filtration efficiency of a fibrous filter for nanoparticles. *Journal of Nanoparticle Research* 8:215-221.

Kim J.S., Lee M.H. (2019). Measurement of effective filtration area of pleated bag filter for pulse-jet cleaning. *Powder Technology* 343:662-670.

Kim J.-M., Chung Y.-S., Jo H. J., Lee N.-J., Kim M. S., Woo S. H., Park S., Kim J. W., Kim H. M., Han M.-G. (2020). Identification of Coronavirus Isolated from a Patient in Korea with COVID-19, *Public Health and Research Perspectives* 11(1):3-7.

Konda A., Prakash A., Moss G. A., Schmoldt M., Grant G. D., Guha S. (2020). Aerosol Filtration Efficiency of Common Fabrics Used in Respiratory Cloth Masks. *ACS Nano* 14(5):6339–6347.

Laminger T., Stecher M., Mauschitz G., Höflinger, W. (2017). *Separation Science and Technology* 52:2786-2792.

Lee J., Yoo D., Ryu S., Ham S., Lee K., Yeo M., Min K., Yoon C. (2019). Quantity, Size Distribution, and Characteristics of Cough-generated Aerosol Produced by Patients with an Upper Respiratory Tract Infection. *Aerosol and Air Quality Research* 19:840-853.

Leith D., First M. (1977). Pressure Drop in a Pulse-Jet Fabric Filter. *Filtration & Separation* 14:473-474.

Letourneau P., Mulcey P., Vendel J. (1990). Aerosol penetration inside HEPA filtration media, 21st DOE Nuclear Air Cleaning Conference, 799-811.

Letourneau P., Renaudin V., Vendel J. (1992). Effects of the particle penetration inside the filter medium on the HEPA filter pressure drop, 22st DOE Nuclear Air Cleaning Conference, 128-143.

Leung W.W.F., Hung C.H., Yuen P.T. (2009). Experimental Investigation on Continuous Filtration of Sub-Micron Aerosol by Filter Composed of Dual-Layers Including a Nanofiber Layer. *Aerosol Science and Technology* 43:1174-1183.

Leung W.W.F., Choy H.-F. (2018). Transition from depth to surface filtration for a low-skin effect filter subject to continuous loading of nano-aerosols, *Separation and Purification Technology* 190:202-218.

Li Q., Zhang M., Qian Y., Geng F., Song J., Chen H. (2015a). The relationship between peak pressure and residual dust of a pulse-jet cartridge filter. *Powder Technology* 283:302-307.

- Li J., Li S., Zhou F. (2015b). Effect of cone installation in a pleated filter cartridge during pulse-jet cleaning. *Powder Technology* 284:245-252.
- Li J., Zhou F., Li S. (2017). Experimental study on the dust filtration performance with participation of water mist. *Process Safety and Environmental Protection* 109:357-364.
- Li S., Wang F., Xin J., Xie B., Hu S., Jin H., Zhou F. (2019a). Study on effects of particle size and maximum pressure drop on the filtration and pulse-jet cleaning performance of pleated cartridge filter. *Process Safety and Environmental Protection* 123:99-104.
- Li S., Hu S., Xie B., Jin H., Xin J., Wang F., Zhou F. (2019b). Influence of pleat geometry on the filtration and cleaning characteristics of filter media. *Separation and Purification Technology* 210:38-47.
- Li S., Jin H., Hu S., Tan X., Liu H., Xie B., Kang J., Zhou, F. (2019c). Effect of novel built-in rotator on the performance of pleated cartridge filter. *Powder Technology* 356:1001-1007.
- Liang M., Gao L., Cheng C., Zhou Q., Uy P.J., Heiner K. (2020). Efficacy of face mask in preventing respiratory virus transmission: A systematic review and meta-analysis. *Travel Medicine and Infectious Disease* 36:101751.
- Liao L., Xiao W., Zhao M., Yu X. Wang H., Wang Q., Chu S., Cui Y. (2020). Can N95 Respirators be reused after disinfection? How many times? *ACS Nano* 14:6348-6356.
- Lindsley W. G., Blachere F. M., Thewlis R. E., Vishnu A., Davis K. A., Cao G., Palmer J. E., Clark K. E., Fisher M. A., Khakoo R., Beezhold D. H. (2010). Measurements of Airborne Influenza Virus in Aerosol Particles from Human Coughs. *PLoS ONE* 5(11): e15100.
- Lo L.M., Chen D.R., Pui D.Y.H. (2010). Experimental study of pleated fabric cartridges in a pulse-jet cleaned dust collector. *Powder Technology* 197:141-149.
- Matsuyama S., Nao N., Shirato K., Kawase, M., Saito S., Takayama I., Nagata N., Sekizuka T., Katoh H., Kato F. Sakata M., Tahara M., Kutsuna S., Ohmagari N., Kuroda M., Suzuki T., Kageyama T., Takeda M. (2020). Enhanced Isolation of SARS-CoV-2 by TMPRSS2- Expressing Cells. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 117:7001-7003.
- Mattern K.J., Deen W.M. (2008). "Mixing rules" for estimating the hydraulic permeability of fiber mixtures. *AIChE Journal* 54(1):32-41.
- Mishra S., Tyagi, V. K. (2007). Esterquats: the novel class of cationic fabric softeners. *Journal of Oleo Science* 56:269-276.
- Montgomery J.F., Green S.I., Rogak S.N. (2015). Impact of relative humidity on HVAC filters loaded with hygroscopic and non-hygroscopic particles. *Aerosol Science and Technology* 49:322-331.
- Morawska L., Johnson G. R., Ristovski Z. D., Hargreaves M., Mengersen K., Corbett S., Chao C. Y. H., Li, Y., Katoshevski D. (2009). Size distribution and sites of origin of droplets expelled from the human respiratory tract during expiratory activities. *Journal of Aerosol Science* 40(3):256-269.
- Murphy D. S. (2015). Fabric softener technology: A review. *Journal of Surfactants and Detergents* 18:199-204.
- Obendorf S. K., Dixit V., Woo D. J. (2009). Microscopy study of distribution of laundry fabric softener on cotton fabric. *Journal of Surfactants and Detergents* 12:225-230.
- Osendorf R.J. (1994). Layered air filter medium having improved efficiency and pleatability, US Patent N° 5, 306, 321.

Ou Q., Pei C., Kim S.C., Abell E., Pui D.Y.H (2020). Evaluation of decontamination methods for commercial and alternative respirator and masks materials – view from filtration aspect. *Journal of Aerosol Science* 150:105609.

Papineni R. S., Rosenthal F. S. (1997). The Size Distribution of Droplets in the Exhaled Breath of Healthy Human Subjects. *Journal of Aerosol Medicine* 10(2):105-116.

Park W. B., Kwon N. J., Choi S. J., Kang C. K., Choe P. G., Kim J. Y., Yun J., Lee G. W., Seong M. W., Kim N. J., Seo J. S., Oh M. D. (2020). Virus isolation from the first patient with SARS-CoV-2 in Korea. *Journal of Korean Medical Science* 35(7):10-14.

Parvinzadeh M., Hajiraissi R. (2008). Macro- and microemulsion silicone softeners on polyester fibers: Evaluation of different physical properties. *Journal of Surfactants and Detergents* 11:269-273.

Pei C., Ou Q., Kim S. C., Chen S.-C., Pui D. Y. H. (2020). Alternative Face Masks Made of Common Materials for General Public: Fractional Filtration Efficiency and Breathability Perspective. *Aerosol and Air Quality Research* 20(12):2581-2591.

Peukert W., Wadenpohl C. (2001). Industrial separation of fine particles with difficult dust properties. *Powder Technology* 118:136-148.

Pourchez J., Peyron A., Montigaud Y., Laurent C., Audoux E., Lecler L., Verhoeven P.O. (2021) New insights into the standard method of assessing bacterial filtration efficiency of medical face masks. *Scientific Reports* 11: 5887.

Przekop R., Gradon L. (2008). Deposition and Filtration of Nanoparticles in the Composites of Nano- and Microsized Fibers. *Aerosol Science and Technology* 42:483-493.

Qian F., Huang N., Zhu X., Lu J. (2013). Numerical study of the gas-solid flow characteristic of fibrous media based on SEM using CFD-DEM. *Powder Technology* 249:63-70.

Qian Y., Bi Y., Zhang Q., Chen H. (2014). The optimized relationship between jet distance and nozzle diameter of a pulse-jet cartridge filter. *Powder Technology* 266:191-195.

Qiu J., Wu D., Chen D.R., Li J. (2021). Reverse pulsed-flow cleaning of pleated filter cartridges having an inner pleated filter cone. *Process Safety and Environmental Protection* 146:481-489.

Rammig J., Schmierer U., Hornfeck U., Straub R. (2005). Multi-layer filter structure and use of a multi-layer filter structure, US Patent N° 6, 966, 939 B2.

[Rathore A.S., Bardin-Monnier N., Charvet A. \(2023\). How to quantify the influence of solid volume fraction heterogeneities on fibrous filter efficiency and permeability by computational simulations? Proceedings of the Filtech Conference, Köln.](#)

Ren L.-L., Wang Y.-M., Wu Z.-Q., Xiang Z.-C., Guo L., Xu T., Jiang Y.-Z., Xiong Y., Li Y.-J., Li X.-W., Li H., Fan G.-H., Gu X.-Y., Xiao Y., Gao H., Xu J.-Y., Yang F., Wang X.-M., Wu C., ..., Wang J.-W. (2020). Identification of a novel coronavirus causing severe pneumonia in human. *Chinese Medical Journal* 133(9):1015-1024.

Ribeyre Q. (2015). Influence de l'humidité de l'air sur la perte de charge d'un dépôt nanostructuré. Thèse de doctorat de l'Université de Lorraine.

[Ribeyre Q., Charvet A., Vallières C., Thomas D. \(2017\). Impact of relative humidity on a nanostructured filter cake – experimental and modelling approaches. Chemical Engineering Science 161:109-116.](#)

- Richter W., Hofacre K., Willenberg Z. (2016). Final Report for the Bioquell Hydrogen Peroxide Vapor (HPV) Decontamination for Reuse of N95 Respirators. Retrieved from <https://www.fda.gov/media/136386/download>. Accessed March 11, 2021.
- Rodriguez-Martinez C.E., Sossa-Briceño M.P., Cortes J.A. (2020). Decontamination and reuse of N95 filtering facemask respirators: a systematic review of the literature. *American Journal of Infection Control* 48:1520-1532.
- Schiller S., Schmid H.J. (2014). Ultrafine dust filtration using precoat materials considering the influence of filter media. *Chemical Engineering and Technology* 37:1009-1020.
- Schinwald A., Murphy F.A., Prina-Mello A., Poland C.A., Byrne F., Movia D., Glass J.R., Dickerson J.C., Schultz D.A., Jeffree C.E., MacNee W., Donaldson K. (2012). The Threshold Length for Fiber-Induced Acute Pleural Inflammation: Shedding Light on the Early Events in Asbestos-Induced Mesothelioma. *Toxicological Sciences* 128:461-470.
- Schmidt E., Löffler F. (1990). Collection of fine adhesive and cohesive dusts with pulse-jet fabric filters. *Chemical Engineering and Technology* 13:402-410.
- Schmidt E., Pilz T. (1995). Raw gas conditioning and other additional techniques for improving surface filter performance. *Proceedings of the Filtech Conference, Karlsruhe*.
- Schumm M.A., Hadaya J.E., Mody N., Myers B.A., Maggard-Gibbons M. (2021). Filtering facepiece respirator (N95 respirator) reprocessing: a systemic review. *Journal of the American Medical Association*, 325(13):1296-1317.
- Selvaranjan K., Navaratnam S., Rajeev P., Ravintherakumaran N. (2021). Environmental challenges induced by extensive use of face masks during COVID-19: A review and potential solutions. *Environmental Challenges* 3:100039.
- Seville J.P.K., Cheung W., Clift R. (1989). A patchy-cleaning interpretation of dust cake release from non-woven fabrics. *Filtration & Separation*, May/June:187-190.
- Shim J., Joe Y.H., Park H.S. (2017). Influence of air injection nozzles on filter cleaning performance of pulse-jet bag filter. *Powder Technology* 322:250-257.
- Sievert J., Löffler F. (1987). Dust cake release from non-woven fabrics. *Filtration & Separation*, November/ December:424-427.
- Silva C.R.N., Negrini V.S., Aguiar M.L., Coury J.R. (1999). Influence of gas velocity on cake formation and detachment. *Powder Technology* 101:165-172.
- Singha K., Maity S., Singha M., Paul P., Gon D.P. (2012). Effects of Fiber Diameter Distribution of Nonwoven Fabrics on its Properties. *International Journal of Textile Science* 1(1):7-14.
- Stadnytskyi V., Bax C. E., Bax A., Anfinrud P. (2020). The airborne lifetime of small speech droplets and their potential importance in SARS-CoV-2 transmission. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 117(22):3-5.
- Suen C.Y., Leung H.H., Lam K.W., Hung K.P.S., Chan M.Y., Kwan J.K.C. (2020). Feasibility of Reusing Surgical Mask Under Different Disinfection Treatments. *MedRxiv*.
- Sullivan G.L., Delgado-Gallardo J., Watson T.M., Sarp S. (2021). An investigation into the leaching of micro and nano particles and chemical pollutants from disposable face masks - linked to the COVID-19 pandemic. *Water Research* 196:117033.

- Tafreshi H.V., Rahman M.S., Jaganathan S., Wang Q., Pourdeyhimi B. (2009). Analytical expressions for predicting permeability of bimodal fibrous porous media. *Chemical Engineering Science* 64(6):1154-1159.
- Tanabe E.H., Barros P.M., Rodrigues K.B., Aguiar M.L. (2011). Experimental investigation of deposition and removal of particles during gas filtration with various fabric filters. *Separation and Purification Technology* 80:187-195.
- Thomas D., Contal P., V. Renaudin, Penicot P., Leclerc D., Vendel J. (1999). Modelling pressure drop in HEPA filters during dynamic filtration, *Journal of Aerosol Science*, 30, 235-246.
- Thomas D., Penicot P., Contal P., Leclerc D., Vendel J. (2001). Clogging of fibrous filters by solid aerosol particles: experimental and modelling study. *Chemical Engineering Science* 56:3549-3561.
- Thomas D., Ouf F.X., Gensdarmes F., Bourrous S., Bouilloux L. (2014). Pressure drop model for nanostructured deposits. *Separation and Purification Technology* 138:144-152.
- [Thomas D., Charvet A., Bardin-Monnier N., Appert-Collin J.C. \(2017\). *Aerosol Filtration*. ISTE Press/Elsevier.](#)
- [Thomas D., Pacault S., Charvet A., Bardin-Monnier N., Appert-Collin J.-C. \(2019\). *Composite fibrous filters for nano-aerosol filtration: Pressure drop and efficiency Model*. *Separation and Purification Technology* 15:557-564.](#)
- [Thomas D., Bardin-Monnier N., Charvet A. \(2022\). *Effect of the fibre diameter polydispersity on the permeability of nonwoven filter media*. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*:1-13.](#)
- Tucny J.M., Spreutels L., Drolet F., Leclaire S., Bertrand F., Vidal D. (2022). Impact of fiber diameter polydispersity on the permeability of fibrous media. *Chemical Engineering Science* 262:117984.
- Van Doremalen N., Bushmaker T., Morris D. H., Holbrook M. G., Gamble A., Williamson B. N., Tamin A., Harcourt J. L., Thornburg N. J., Gerber S. I., Lloyd-Smith J. O., de Wit E., Munster V. J. (2020). Aerosol and Surface Stability of SARS-CoV-2 as Compared with SARS-CoV-1. *The New England Journal of Medicine* 382(16):1564-1567.
- Viscusi D.J., King W.P., Schaffer R.E. (2007). Effect of decontamination on the filtration efficiency of two filtering facepiece respirator models. *Journal of the International Society for Respiratory Protection* 24:93-107.
- Viscusi D.J., Bergman M.S., Eimer B.C., Schaffer R.E. (2009). Evaluation of five decontamination methods for filtering facepiece respirators. *Annals of Occupational Hygiene* 53(8):815-827.
- Viscusi D.J., Bergman M.S., Novak D.A., Faulkner K.A., Palmiero A., Powell J., Schaffer R.E. (2011). Impact of Three Biological Decontamination Methods on Filtering Facepiece Respirator Fit, Odor, Comfort, and Donning Ease. *Journal of Occupational and Environmental Hygiene* 8:426-436.
- Volckens J., Peters, T. M. (2005). Counting and particle transmission efficiency of the aerodynamic particle sizer. *Journal of Aerosol Science* 36(12):1400–1408.
- Xie B., Li S., Chu W., Liu C., Hu S., Jin H., & Zhou F. (2020). Improving filtration and pulse-jet cleaning performance of metal web filter media by coating with polytetrafluoroethylene microporous membrane. *Process Safety and Environmental Protection* 136:105-114.
- Wang L.K., Pereira N.C., Hung, Y.-T. (2004). *Air Pollution Control Engineering*. Humana Press, Totowa, NJ.
- Wang J., Kim S.C., Pui D.Y.H. (2008). Figure of Merit of Composite Filters with Micrometer and Nanometer Fibers. *Aerosol Science and Technology* 42:722-728.

- Wang D., Sun B.C., Wang Y.X., Zhou Y.Y., Chen Z.W., Fang Y., Yue W-H., Liu S.M., Liu K.Y., Zeng X.F., Chu G.W., Chen, J.F. (2020). Can Masks Be Reused After Hot Water Decontamination During the COVID-19 Pandemic? *Engineering* 6:1115-1121.
- Wick P., Clift M.J.D., Rosslein M., Rothen-Rutishauser B. (2011). A brief summary of carbon nanotubes science and technology: A health and safety perspective. *ChemSusChem* 4:905–911.
- Yan J., Guha S., Hariharan P., Myers M. (2019). Modeling the Effectiveness of Respiratory Protective Devices in Reducing Influenza Outbreak. *Risk Analysis* 39(3):647-661.
- Yue C., Zhang Q., Zhai Z. (2016). Numerical simulation of the filtration process in fibrous filters using CFD-DEM method. *Journal of Aerosol Science* 101:174-187.
- Zhang Q., Welch J., Park H., Wu C.Y., Sigmund W., Marijnissen J.C.M. (2010). Improvement in nanofiber filtration by multiple thin layers of nanofiber mats. *Journal of Aerosol Science* 41:230-236.
- Zhang Q., & Schmidt E. (2011). Effects of post-coating by generating a thin secondary particle layer on surface filters for dust separation. *Proceedings of the Filtech Conference, Wiesbaden*.
- Zhang Y., Zhang W., Yang Z., Liu J., Yang F., Li N., Du L. (2016). Enhancement of fine particle filtration with efficient humidification. *Chinese Journal of Chemical Engineering* 24:453-459.
- Zhao M., Liao L., Xiao W., Yu X., Wang H., Wang Q., Lin Y. L., Kilinc-Balci F. S., Price A., Chu L., Chu M. C., Chu S., Cui Y. (2020). Household Materials Selection for Homemade Cloth Face Coverings and Their Filtration Efficiency Enhancement with Triboelectric Charging. *Nano Letters* 20(7):5544–5552.

ALTERNATIVES A LA FILTRATION : trouver sa voie de séparation

La génération de particules ultrafines par une grande variété de procédés industriels tels que la combustion, la soudure et la découpe de métaux (perçage, fraisage, ...) impose le développement de systèmes de protection des personnes et de l'environnement adaptés à la spécificité de ces particules à fort pouvoir colmatant. Malgré son omniprésence sur le marché de la séparation gaz/solide, les médias fibreux plissés présentent des inconvénients parfois difficiles à surmonter. Ces dispositifs, initialement très efficaces, engendrent une forte augmentation de la perte de charge lors de la collecte de particules à grande surface spécifique telles que les agglomérats nanostructurés. Ce phénomène peut par ailleurs s'avérer irréversible du fait de l'inefficacité des techniques de décolmatage employées. Pour éviter le remplacement régulier des filtres qui en découle, des alternatives doivent être investiguées. Ces dernières années, l'équipe s'est ainsi intéressée à la pertinence et aux performances de lits granulaires et de laveurs pour la séparation de nano-aérosols d'un gaz porteur.

3.1. Les lits granulaires

Les lits granulaires sont présents dans de nombreuses applications comme l'épuration des gaz de chaudières, les fours à ciment, les fours à chaux, ... Dans ce type de séparateur, les particules en suspension dans le gaz traversent un empilement de grains, de forme et de taille variables, et sont collectées à leur surface par des mécanismes de diffusion, d'inertie, d'interception et électrostatiques, comme dans un milieu fibreux. Les lits granulaires peuvent, selon leur configuration, présenter des efficacités de collecte intéressantes, notamment dans le domaine diffusionnel, même si la taille des grains, nettement supérieure à celle de fibres, permet d'atteindre les mêmes niveaux d'efficacité que des filtres à fibres uniquement pour des épaisseurs conséquentes. Leurs résistances thermique et mécanique ainsi que leur capacité à être régénérés et réutilisés en font une bonne alternative aux médias fibreux difficilement décolmatables. La collecte d'aérosol par des lits granulaires a été, depuis les années 70, l'objet de nombreuses études, tant théoriques qu'expérimentales, et une review étendue a été réalisée par Tien (1989). Les études se focalisent principalement sur les performances globales d'un lit granulaire selon les paramètres structuraux, la vitesse de filtration (Tsubaki et Tien, 1988), la température (Peukert et Löffler, 1988), l'épaisseur du milieu poreux (Saxena et al., 1985), la taille des collecteurs (Bémer et al., 2013), ... Les résultats soulignent que les lits granulaires peuvent s'avérer une technique de séparation viable pour les particules microniques et submicroniques, sous réserve d'une optimisation des paramètres opératoires (taille des collecteurs, épaisseur du lit, vitesse, stabilisation magnétique, ...). Ces études sont néanmoins limitées à la caractérisation des performances du lit dans son état initial et non durant le régime transitoire lié à l'accumulation de particules en son sein. Au fur et à mesure que les particules sont retenues par les grains, un dépôt se forme d'abord en profondeur puis à la surface du lit (colmatage). La collecte devient alors plus efficace mais en contrepartie la perte de charge à travers le média augmente (Xiao et al., 2013). Bémer et al. (2013) a mis en évidence que lors de la collecte de particules ultrafines, le dépôt est principalement localisé dans les premières couches de collecteurs. Ainsi, seule une faible épaisseur du lit participe effectivement à la collecte réduisant par conséquent la durée entre deux décolmatages.

Dans les travaux récents, une attention particulière a ainsi été portée à la régénération des collecteurs. Des lits granulaires dynamiques, à contre-courant (Brown et al., 2003 ; El-Hedok et al., 2013) ou courants croisés (Chen et al., 2009 ; Chen et al., 2016 ; Hsiau et al., 2008) s'appuient sur un apport continu de collecteurs neufs pour limiter la formation d'un gâteau et maintenir une perte de charge faible et constante, sans nécessité de décolmatage (Figure 3.1). L'ajout de déflecteurs et le positionnement judicieux des persiennes dans ces lits granulaires dynamiques permettent d'obtenir un flux de gaz relativement uniforme et de limiter les zones stagnantes (Chen et al., 2012, 2016, 2017).

Même si les lits dynamiques sont prometteurs de par leur fonctionnement en continu et leurs performances constantes, le pilotage de ce type de séparateur, notamment le transport et la régénération des collecteurs, s'avère néanmoins complexe et l'efficacité réduite du fait de l'élimination en continu du gâteau (contribuant à l'efficacité) et de la présence de passages préférentiels.

Sur le principe de cartouches filtrantes, des lits granulaires sous forme de panneaux s'appuient également sur le renouvellement périodique des collecteurs de surface pour exploiter au maximum l'efficacité du gâteau de particules (Lee et al. 2005 ; Rodon et al., 2005 ; Wu et al., 2005 ; Squires et al., 2005). D'autres approches d'optimisation des lits granulaires ont été envisagées dans notre équipe de recherche au cours des dernières années. Elles consistent à retarder au plus l'apparition du phénomène de colmatage et donc de la phase de filtration en surface par la mise en œuvre de lits granulaires multicouches ou d'un arrosage pour ré-entraîner en continu les particules collectées (Figure 3.1).

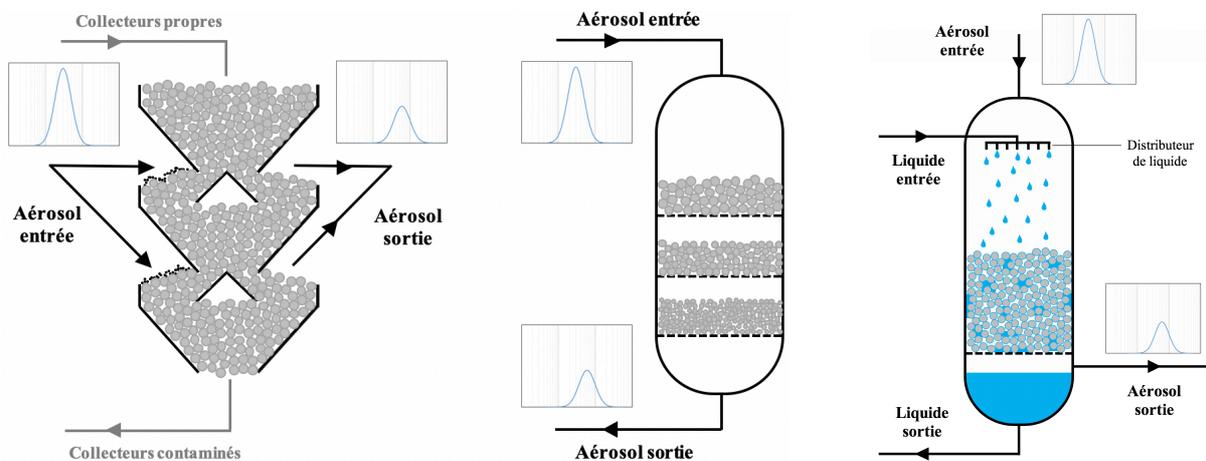


Figure 3.1 : Schémas de principe d'un lit granulaire dynamique à courants croisés (à gauche), d'un lit granulaire multicouche (au centre) et d'un lit granulaire arrosé (à droite)

3.1.1. Lits granulaires multicouches

Dans ce type de configuration, la mise en œuvre d'un gradient décroissant de diamètre de collecteurs permet de promouvoir la filtration en profondeur dans la première couche de moindre efficacité ; la dernière couche servant à maintenir une efficacité élevée. La faisabilité et la pertinence de cette approche pour la collecte de particules submicroniques et microniques ont été démontrées par divers auteurs grâce à des lits bicouches (Yang et al., 2007 ; Shi et al., 2015 ; Tian et al., 2016). Néanmoins, l'épaisseur conséquente de la première couche mise en œuvre dans ces études limite considérablement l'intérêt de la configuration multicouche de par son efficacité élevée. Il est ainsi nécessaire d'optimiser l'architecture de ces lits granulaires multicouches pour en tirer pleinement avantage. Ainsi, le nombre de couches, les diamètres de collecteurs et les épaisseurs des couches doivent être déterminés judicieusement de manière à obtenir le meilleur compromis en termes de performance ; à savoir une efficacité élevée et une évolution temporelle de la perte de charge la plus limitée possible. Une telle démarche d'optimisation a été menée pour la collecte de nano-aérosols dans le cadre du doctorat de Loïc Wingert (2017).

Approche expérimentale

En régime diffusionnel, comme l'efficacité de collecte est une fonction décroissante avec la taille des collecteurs, un lit granulaire avec un gradient décroissant de diamètre de collecteurs dans la profondeur devrait permettre de retarder le colmatage des derniers étages de collecteurs. Pour limiter les contraintes expérimentales, l'étude a porté sur le plus simple des lits multi-étagés, à savoir un lit granulaire constitué de trois couches ; chaque couche, étant constituée de billes de taille inférieure à celle de l'étage précédent. Un lit granulaire multi-étagé, composé de billes d'acier inoxydable de 1 mm dans la première couche, 0,8 mm dans la seconde et 0,5 mm dans la dernière, et un lit granulaire conventionnel constitué de 3 étages de billes de 0,5 mm, sont ainsi exposés à des agglomérats, constitués de 85% de zinc et 15% d'aluminium, générés par projection thermique à l'aide d'un pistolet à arc électrique (Margarido® M25).

Comme escompté, la comparaison des performances des deux configurations de lit granulaire met en lumière une efficacité initiale plus importante du lit conventionnel constitué de collecteurs de faible diamètre, toute chose restante égale par ailleurs. Cet écart est néanmoins rapidement comblé au cours du colmatage. Parallèlement, la cinétique d'évolution de la perte de charge est beaucoup plus lente sur le lit granulaire multi-étagé ; la résistance à l'écoulement étant près de trois fois moins importante que celle du lit conventionnel lorsque l'efficacité massique totale atteint une valeur proche de l'unité, synonyme de la formation d'un gâteau. La représentation de la masse collectée selon l'étage et le temps confirme que le dépôt se situe principalement au niveau des premières couches de collecteurs dans un lit conventionnel (Figure 3.2). Dans un lit granulaire multi-étagé, la masse de particules semble répartie de façon plus homogène sur l'ensemble de la profondeur du média du fait du colmatage, dans un premier temps, des couches plus profondes. L'optimisation de la filtration par lit granulaire à l'aide d'un gradient de diamètre de billes semble donc prometteuse pour augmenter la durée entre deux opérations de décolmatage. Cependant, une analyse plus fine de la cinétique du lit granulaire multi-étagé montre que la première couche devient rapidement efficace et donc que les seconde et troisième couches ne contribuent pas suffisamment à la collecte des particules. La configuration de lit granulaire avec des collecteurs de 1, 0,8 et 0,5 mm n'est par conséquent pas optimale.

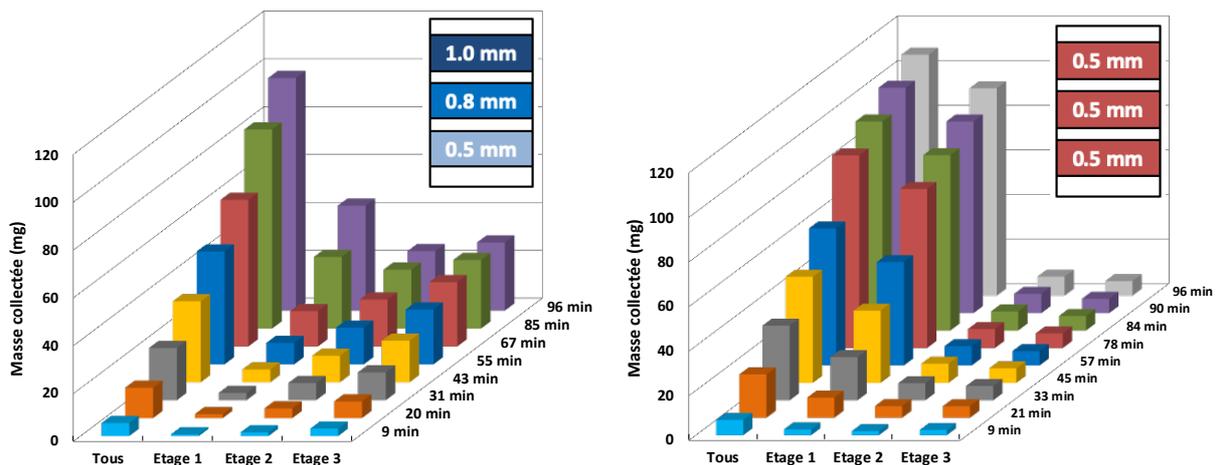


Figure 3.2 : Masse collectée dans chacun des trois étages durant le colmatage d'un lit granulaire multiétagé (g.) et conventionnel (dr.) (Charvet et al., 2019)

Modélisation des performances

La recherche de la configuration optimale de lit multi-étagé, c'est-à-dire de la combinaison de diamètres de collecteurs permettant la distribution la plus homogène de la masse de particules collectées dans l'épaisseur du filtre, ne pouvant être réalisée expérimentalement car extrêmement chronophage, le choix s'est orienté vers une approche de modélisation (Wingert et al., 2017). Un modèle développé pour les lits fixes permet de prédire l'évolution temporelle de la perte de charge et de l'efficacité et de déterminer la localisation des particules dans la profondeur du lit, selon les conditions opératoires (vitesse de filtration, température, pression) et les propriétés structurales du lit granulaire (taille des collecteurs, porosité, épaisseur). Ce modèle a ensuite été adapté aux lits granulaires multi-étagés par répétition de la démarche aux différents milieux poreux en série. Le dépôt de particules nanostructurées est assimilé à une enveloppe sphérique et uniforme tout autour de la surface du collecteur. Cette hypothèse, employée dans d'autres études (Tien et al., 1979; Fichman et al., 1988), a été validée par des observations microscopiques (Charvet et al., 2017).

Le principe du modèle est basé sur le calcul à chaque pas de temps du nouveau diamètre équivalent des collecteurs prenant en compte la masse de particules collectées à leur surface. Cette grandeur est ensuite intégrée dans les modèles de perte de charge et d'efficacité de collecte (équations 3.1 et 3.2).

$$\Delta P = 36 \cdot h_k \cdot \mu \cdot U \cdot \left(\frac{(1 - \epsilon_{GB})^2}{\epsilon_{GB}^3} \right) \cdot \left(\frac{z_{GB}}{d_{c,eq}^2} \right) \quad (3.1)$$

$$E_{GB} = 1 - \exp \left(-\frac{3}{2} \cdot \left(\frac{1 - \epsilon_{GB}}{d_{c,eq}} \right) \cdot z_{GB} \cdot \eta(d_{c,eq}) \right) \quad (3.2)$$

avec h_k la constant de Kozeny-Carman, μ la viscosité de l'air, U la vitesse de filtration, z_{GB} la profondeur du lit, $d_{c,eq}$ le diamètre équivalent du collecteur, ϵ_{GB} la porosité du lit et $\eta(d_{c,eq})$ l'efficacité unitaire.

Les expériences de colmatage ont mis en évidence que la filtration en profondeur pouvait être divisée en deux phases, nécessitant l'utilisation de deux diamètres équivalents de collecteur. Durant la première phase, appelée phase A, la perte de charge et l'efficacité demeurent quasiment constantes du fait de changements peu significatifs de la structure du lit granulaire. L'augmentation du diamètre des collecteurs est considérée faible et sans obstruction de la structure poreuse. Ainsi, durant cette phase, le diamètre équivalent, $d_{c,eq,A}$, est assimilé à une sphère de volume égal à celui du collecteur et de la couche de particules déposée à sa surface. La seconde phase de colmatage, appelée phase B, est caractérisée par une augmentation rapide de la perte de charge et de l'efficacité de collecte. Ces évolutions sont attribuées à une augmentation de la surface spécifique du lit granulaire avec l'accumulation de particules. Ainsi, durant cette phase, le diamètre équivalent, $d_{c,eq,B}$, est assimilé à celui d'une sphère ayant la même surface spécifique que le collecteur et la couche de dépôt à sa surface.

$$d_{c,eq,A} = \left(d_c^3 + \frac{6 \cdot m_{p,c,A}}{\pi \cdot \rho_p \cdot (1 - \epsilon_d)} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (3.3)$$

$$d_{c,eq,B} = \left(\frac{\pi \cdot d_{c,eq,A}^3 \cdot \rho_p \cdot (1 - \epsilon_d) \cdot d_{v,50} + 6 \cdot d_{v,50} \cdot m_{p,c,B}}{\pi \cdot d_{c,eq,A}^2 \cdot \rho_p \cdot (1 - \epsilon_d) \cdot d_{v,50} + 4 \cdot (1 - \epsilon_d) \cdot m_{p,c,B}} \right) \quad (3.4)$$

avec d_c le diamètre initial du collecteur, $m_{p,c,A}$ la masse de particules par collecteur durant la phase A, ρ_p la densité du matériau, ϵ_d la porosité du dépôt, $d_{v,50}$ le diamètre médian en volume des particules collectées et $m_{p,c,B}$ la masse de particules par collecteur durant la phase B.

Comme le diamètre équivalent est calculé à chaque incrément de temps (et donc de masse collectée), le modèle permet la détermination des performances du lit granulaire multi-étagé au cours du colmatage.

Optimisation multicritère

Pour des conditions opératoires fixes (vitesse de filtration, épaisseur de collecteurs), les performances de lits granulaires multi-étagés ont ainsi pu être modélisées pour un ensemble de combinaisons de diamètre de collecteurs. La taille des collecteurs varie entre 0,2 et 1,6 mm par incrément de 0,1 mm et chaque lit granulaire doit satisfaire une condition structurelle, à savoir qu'un étage considéré doit être constitué de collecteurs de taille inférieure à celle des billes de l'étage supérieur. Ce paramétrage conduit à 455 configurations de lit granulaire multi-étagé dont les performances sont comparées sur la base de trois critères :

- La capacité de rétention, c'est-à-dire la masse totale collectée par unité de volume durant le temps nécessaire pour atteindre une efficacité massique de la première couche de 99%. Au-delà de cette valeur, les particules ne seront plus collectées en profondeur mais en surface de la première couche ce qui coïncide avec la nécessité de procéder, au niveau industriel, à une opération de décolmatage ;
- L'efficacité moyenne en masse sur cette même période de temps, c'est-à-dire le ratio entre la masse totale collectée et la masse totale générée ;
- L'inverse de la perte de charge.

Pour obtenir les meilleures performances, chacun de ces critères devra être maximisé. Comme l'optimum de chaque critère n'est pas obtenu pour le même lit granulaire multi-étagé et que chaque critère ne possède pas la même importance, il est difficile d'identifier le meilleur compromis. L'approche classique, consistant à fusionner l'ensemble des critères en un seul et unique, introduit une part de subjectivité dans l'attribution d'un poids relatif à chaque critère. Une autre méthodologie a donc été mise en place. Elle est basée sur une optimisation avant l'introduction de préférences ce qui revient à introduire l'aspect subjectif le plus tard possible dans le processus de décision et d'identification de la meilleure solution. Le concept de domination de Pareto (Pareto, 1906) a ainsi été mis en œuvre pour identifier l'ensemble des solutions optimales. Cette analyse consiste à comparer les configurations entre elles, par paire, pour identifier celles qui sont dominées.

En considérant deux lits multicouches (avec des diamètres de collecteurs différents) X et Y, X est considéré comme non dominé par Y si :

- Tous les critères de X sont supérieurs ou égaux aux critères équivalents de Y ;
- Au moins un critère de X est strictement supérieur au critère équivalent de Y.

Durant l'analyse par paire, une plage d'indifférence a été ajoutée de façon à prendre en considération les incertitudes du modèle. Cette plage correspond à la différence entre deux valeurs d'un même critère jugée insuffisante pour considérer qu'une valeur est différente d'une autre.

En ne retenant que les configurations n'étant jamais dominées, l'analyse de domination de Pareto permet de réduire considérablement le nombre de lits multi-étagés (61/455) sans introduire de subjectivité (Figure 3.3).

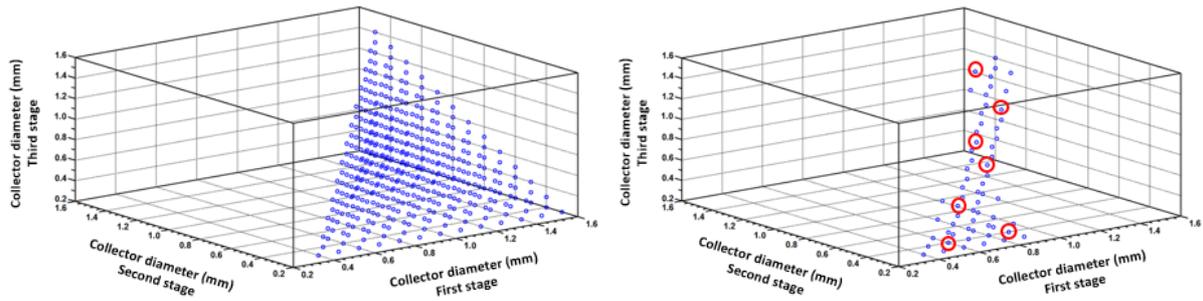


Figure 3.3 : Ensemble des configurations de lit multi-étagé (gauche) ; Configurations optimales après application du concept de domination de Pareto (droite) ; les points rouges correspondent aux 7 configurations retenues pour l'expertise

Pour aller plus loin dans le processus de sélection, une méthode d'optimisation multicritère (rough set method) a été mise en œuvre (Slowinski, 1992 ; Thibault et al., 2003). Cette méthode consiste en une sélection d'un petit échantillon de 7 configurations de lit multicouche étant globalement représentatives des 61 restantes après application du concept de domination de Pareto. Ces configurations sont classées par ordre de préférence par une personne ayant une connaissance approfondie du domaine d'étude puis comparées par paire pour chaque critère de façon à établir un jeu de règles basé sur le classement de l'expert. Ainsi si un critère d'une configuration est meilleur que le même critère d'une configuration moins bien classée par l'expert, une valeur de 1 est attribuée à ce critère. Dans le cas contraire, le critère se voit attribuer une valeur de 0. De ces comparaisons, résultent des règles binaires de préférence. Par exemple, la règle de préférence 1/0/1 est obtenue si le premier critère d'une configuration est meilleur, le second pire et le troisième meilleur que les critères respectifs d'une configuration moins bien classée par l'expert. En répétant cette étape entre critères d'une configuration et ceux d'une configuration mieux classée par l'expert, des règles de non préférence sont également établies. Les règles binaires apparaissant à la fois comme règle de préférence et de non préférence sont éliminées de l'équation.

Les règles restantes sont appliquées aux 61 configurations présélectionnées en les comparant par paire.

- Si la comparaison de deux lits multi-étagés correspond à une règle de préférence, le score du premier lit multi-étagé est incrémenté de 1 et le score du second diminué de 1 ;
- Si la comparaison de deux lits multi-étagés correspond à une règle de non préférence, le score du premier lit multi-étagé est diminué de 1 et le score du second incrémenté de 1 ;
- Si aucune règle n'apparaît lors de la comparaison, le score de chacune des deux configurations reste inchangé.

Cette analyse permet de classer les configurations entre elles et d'identifier le lit granulaire multiétagé présentant les meilleures performances ; à savoir celui constitué de collecteurs de 0,6, 0,4 et 0,2 mm. Il est important de noter que les résultats finaux sont quasiment identiques après application de cette méthodologie avec 4 experts différents.

Les performances de ce lit granulaire multi-étagé optimal ont été comparées à celles des deux lits granulaires testés expérimentalement et de la configuration extrême, constituée d'un gradient des plus petits collecteurs (Figure 3.4).

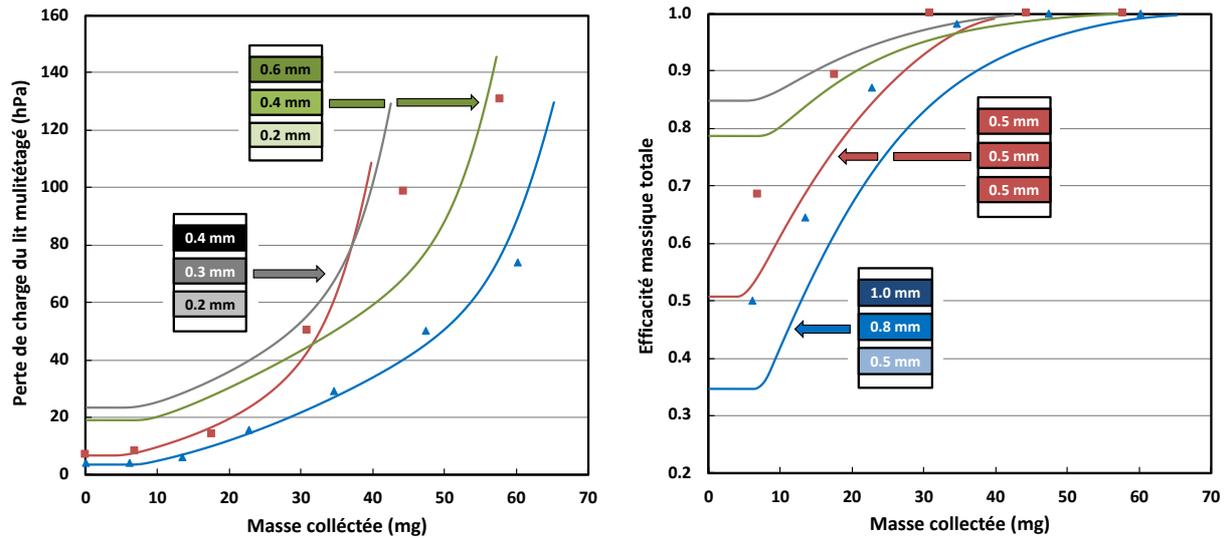
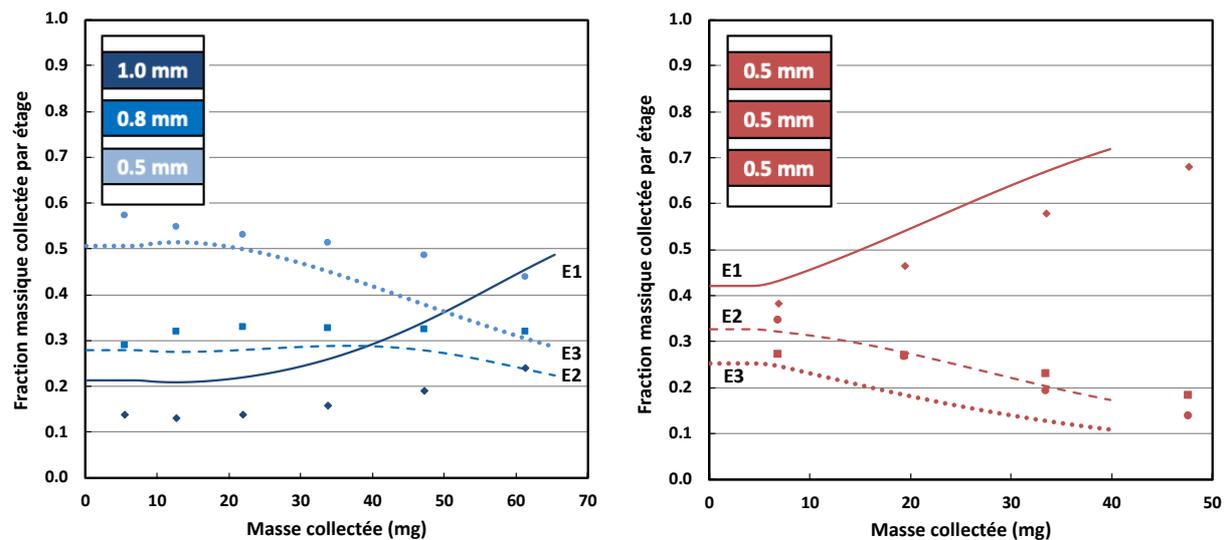


Figure 3.4: Cinétique d'évolution des performances de lits granulaires constitués de différentes combinaisons de diamètre de collecteurs (Charvet et al. 2019)

Comme l'efficacité est une fonction décroissante de la taille des collecteurs, les efficacités modélisées sont d'autant plus importantes que les diamètres des collecteurs sont fins. Même si le modèle montre une tendance à la sous-estimation, un bon accord est observable entre les efficacités expérimentales et les prédictions pour les configurations 1,0/0,8/0,5 mm et 0,5/0,5/0,5 mm. La différence est principalement due à un manque de précision de la corrélation employée pour le calcul de l'efficacité initiale de collecte par diffusion brownienne ; incertitude accentuée par l'association en série de trois lits granulaires. L'accord modèle/expérience est également satisfaisant concernant l'évolution de la perte de charge. Ces résultats indiquent que le lit granulaire multi-étagé optimal (0,6/0,4/0,2 mm) présente à la fois une efficacité massique élevée et une évolution relativement lente de la perte de charge durant le colmatage comparativement aux autres configurations. Le modèle permet aussi de décrire convenablement l'évolution temporelle des fractions massiques collectées dans chacun des étages (Figure 3.5).



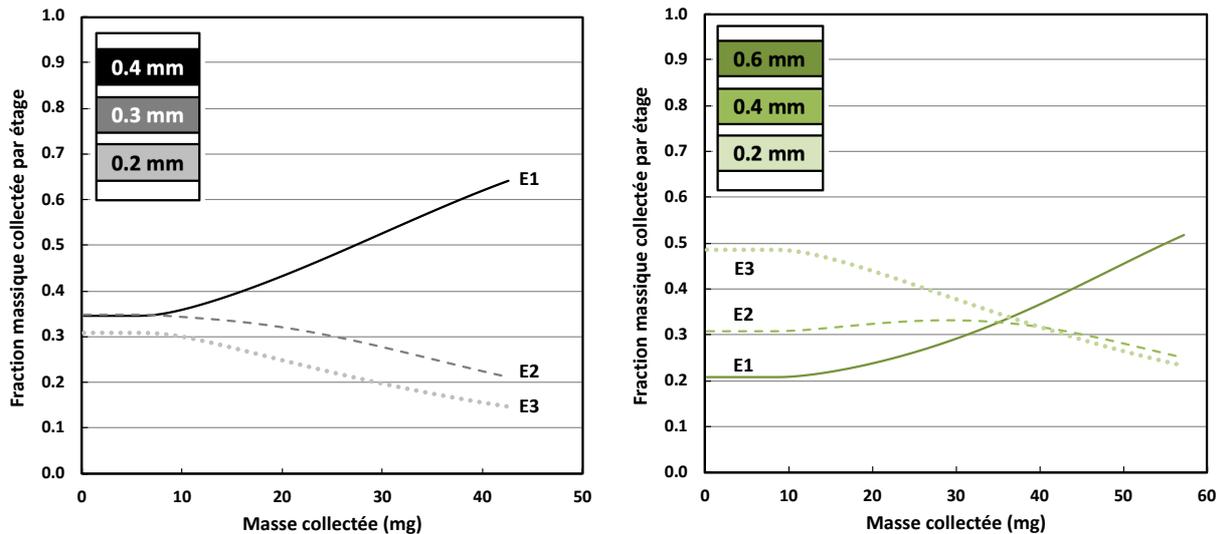


Figure 3.5 : Fraction massique collectée par étage durant le colmatage de divers lits granulaires. (Les traits pleins, discontinus et pointillés correspondent aux modélisations alors que les losanges, carrés et cercles correspondent aux résultats expérimentaux, respectivement des étages 1, 2 et 3) (Charvet et al. 2019)

Les configurations 1,0/0,8/0,5 mm et 0,6/0,4/0,2 mm mettent en évidence qu'un gradient de diamètre de collecteurs permet un colmatage dans un premier temps dans la profondeur, contrairement à un lit granulaire conventionnel (0,5/0,5/0,5 mm) pour lequel le dépôt des particules a majoritairement lieu dans les premières couches de collecteurs. La distribution plus homogène des particules dans la profondeur du lit granulaire multi-étagé permet d'utiliser un plus grand volume et donc de diminuer la perte de charge. Néanmoins, si deux couches successives sont constituées de collecteurs présentant des diamètres similaires (configuration 0,4/0,3/0,2 mm), le lit granulaire multi-étagé perd de son intérêt. En effet, le dépôt se situe rapidement majoritairement dans la première couche de collecteurs, les deux autres devenant superflues comme dans un lit granulaire conventionnel. Cette observation est par ailleurs d'autant plus accentuée que le premier étage est efficace.

Conclusion

L'utilisation d'un lit granulaire à plusieurs étages avec un gradient de diamètre de collecteurs semble prometteuse pour obtenir un dépôt plus homogène dans la profondeur et ainsi prolonger le temps de fonctionnement entre deux décolmatages. Le choix des diamètres de collecteur s'avère essentiel pour atteindre simultanément une efficacité initiale élevée et un dépôt plus homogène, i.e. un retardement de l'augmentation de perte de charge. Le développement d'un modèle de colmatage permet de prédire l'évolution temporelle des performances de lits granulaires multicouches et d'aboutir, par optimisation multicritères, à une configuration optimisée. Cette démarche transposable à d'autres conditions opératoires (vitesse de filtration, température, pression) et d'autres structures de lits granulaires (taille des collecteurs, épaisseur) est un outil précieux d'aide au dimensionnement de lits multicouches.

3.1.2. Lits granulaires arrosés

Pour éviter le phénomène de colmatage et ainsi fonctionner à efficacité et perte de charge constantes, une autre solution, alternative ou complémentaire à la précédente, peut consister à arroser en continu le lit granulaire. L'écoulement gravitaire de liquide pourrait ainsi ré-entraîner en continu les particules collectées et maintenir une perte de charge constante (Thieffry, 2018). Ce type de réacteur étant très répandu pour le transfert de matière et de chaleur, son hydrodynamique a été intensément étudié et en particulier les différents régimes d'écoulement fonction des caractéristiques du garnissage et des vitesses superficielles de liquide et de gaz (Ranade et al., 2011). Pour une application de dépoussiérage, l'objectif est de parfaitement mouiller la surface des collecteurs (régime ruisselant). En effet, un débit de liquide trop important conduirait à une dégradation des performances, conséquence de la formation de poches de liquide et de passages préférentiels du gaz ; alors qu'un débit de liquide trop faible induirait des zones sèches et donc un mauvais réentraînement des particules solides. L'utilisation de lits granulaires arrosés pour la séparation gaz/solide nécessite donc la maîtrise de l'hydrodynamique et la sélection de débits (gaz et liquide) et de taille de collecteurs compatibles avec l'obtention d'une efficacité de collecte élevée.

Approche expérimentale

Un dispositif expérimental a été développé dans le cadre du projet VALORCO (VALORisation et Réduction des émissions de CO₂ en industrie), piloté par ArcelorMittal, financé par l'Agence De l'Environnement et de la Maitrise de l'Énergie (ADEME) et regroupant des partenaires industriels, institutionnels et universitaires. L'étape de séparation gaz/solide, réalisée par un lit granulaire arrosé, se situe donc en amont du projet et des voies de valorisation du CO₂. Le pilote expérimental est ainsi composé d'une colonne de 2,5 m de hauteur et 20 cm de diamètre, comprenant dans sa partie basse un empilement de billes de verre de 2, 5 ou 10 mm de diamètre sur une hauteur de 30 cm. Les débits de gaz empoussiéré et de liquide peuvent être ajustés dans une optique de recherche de la configuration idéale.

Pour les nanoparticules, aucune influence significative du débit de liquide sur l'efficacité initiale en nombre n'est mise en évidence dans la gamme étudiée de par l'intervention de deux phénomènes aux effets antagonistes (Figure 3.6). L'augmentation de la rétention liquide avec le débit de liquide entraîne d'une part l'augmentation de la compacité à l'origine d'une promotion de l'efficacité et d'autre part une augmentation de la vitesse interstitielle à l'origine d'une diminution du temps de séjour et donc de l'efficacité de collecte par diffusion. Comme escompté pour les particules microniques, l'efficacité initiale de collecte augmente avec le diamètre des particules en raison de l'efficacité accrue des mécanismes d'inertie et d'interception. Par ailleurs, l'augmentation du débit d'arrosage permet d'accroître significativement l'efficacité initiale de collecte. Cette tendance s'explique par l'augmentation de la vitesse interstitielle (due à une saturation liquide plus élevée) favorisant le mécanisme de collecte inertielle. A noter que les tendances observées restent valables pour d'autres tailles de collecteurs et débits volumiques de gaz.

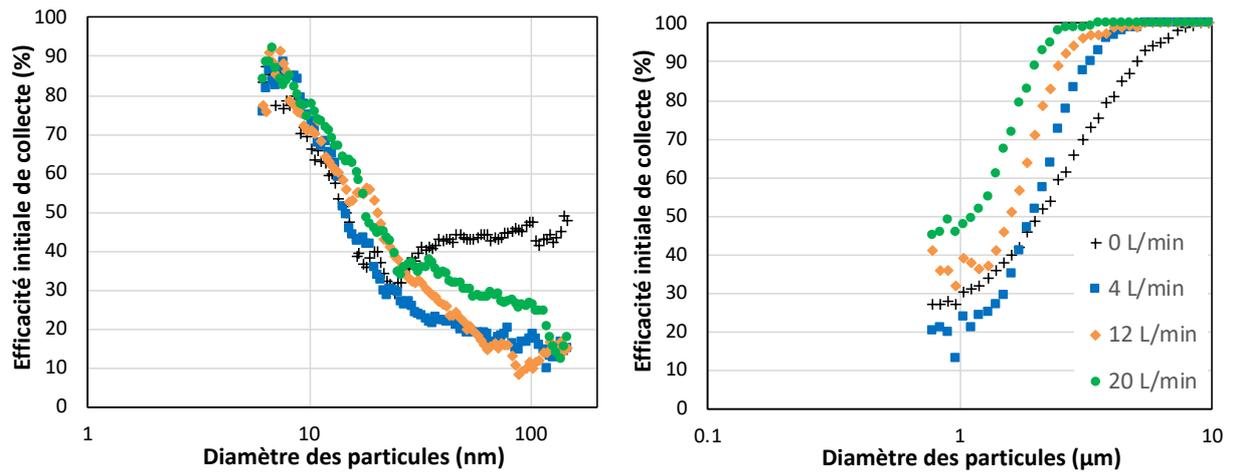


Figure 3.6 : Efficacité spectrale pour des collecteurs de 5 mm, un débit volumique de gaz de 20 m³/h et des débits volumiques de liquide variables (Thieffry et al., 2018 ; Khirouni et al., 2020)

Si le critère d’efficacité du procédé de séparation est important, son augmentation se fait dans l’immense majorité des cas au détriment de l’autre critère de performances prépondérant, la dépense énergétique (Figure 3.7, gauche). Ainsi, l’amélioration de l’efficacité globale du lit granulaire arrosé tant avec l’augmentation du débit de liquide que la réduction du diamètre des collecteurs (Kuo et al., 2010 ; Guan et al., 2016) est contrebalancée par une perte de charge supérieure. Dans le cadre de cette étude, un bon compromis entre ces deux critères de performances semble être obtenu avec un débit liquide de 12 L/min et des collecteurs de 5 mm de diamètre. La pertinence de l’arrosage du lit granulaire et notamment sa propension à ré-entraîner en continu les particules préalablement collectées a été évaluée sur des périodes de 6 heures (Figure 3.7, droite) puis 30h. Si la perte de charge initiale est supérieure à celle d’un lit granulaire classique, un état d’équilibre, entre les particules nouvellement collectées et ré-entraînées, est rapidement atteint et permet le maintien d’une perte de charge quasiment constante. L’efficacité globale en masse se stabilise également rapidement, respectivement autour de 75% et 90% pour des débits de liquide de 4 et 12 L/min. A noter que la réalisation des expériences à des concentrations massiques en particules élevées (de l’ordre de 5 g/m³) permet de s’assurer de la stabilité temporelle de la perte de charge même sur des applications fortement émissives.

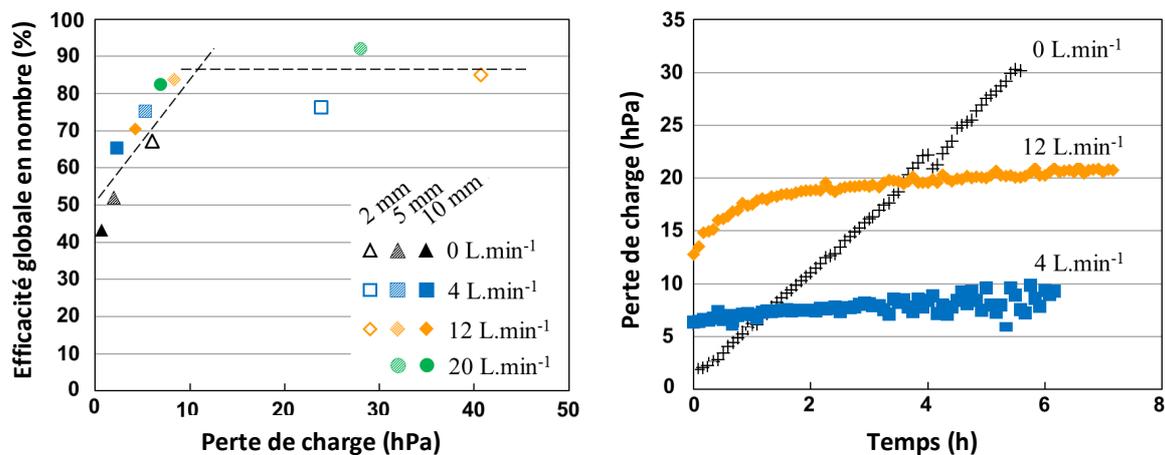


Figure 3.7 : Confrontation de l’efficacité globale en nombre et de la perte de charge (à gauche) ; Évolution temporelle de la perte de charge d’un lit granulaire arrosé constitué de collecteurs de 5 mm (à droite) pour un débit de gaz de 20 m³/h et des débits de liquide variables (Thieffry et al., 2018)

Modélisation des performances

La modélisation de la perte de charge et de l'efficacité d'un lit granulaire arrosé est basée sur la prise en compte de la variation de la porosité et du diamètre des collecteurs. Ces deux paramètres sont fonction de la rétention liquide dont les deux contributions, les rétentions statique et dynamique, peuvent être déterminées à partir des caractéristiques du milieu poreux (porosité et diamètre des collecteurs), du fluide (tension superficielle, masse volumique et viscosité) et des conditions opératoires (débits de gaz et de liquide) (*Khrouni et al., 2020*).

En supposant qu'en régime ruisselant, le liquide s'écoule sous forme de film et est réparti de façon homogène à la surface de collecteurs parfaitement mouillés, le volume de liquide, V_{LC} , enrobant un collecteur peut être déterminé.

$$V_{LC} = \frac{V_L}{N_C} = \frac{\beta \cdot V_T}{N_C} \quad (3.5)$$

avec V_L le volume total de liquide retenu dans le lit granulaire, V_T le volume du lit granulaire, N_C le nombre total de collecteurs et β la rétention liquide correspondant à la différence entre la porosité du lit granulaire sec, ε , et la porosité du lit granulaire mouillé, ε_m . Or,

$$V_C = \frac{(1 - \varepsilon) \cdot V_T}{N_C} \quad (3.6)$$

avec V_C le volume d'un collecteur. Soit,

$$V_{LC} = \frac{\beta}{(1 - \varepsilon)} \cdot \frac{\pi \cdot d_c^3}{6} = \frac{\pi \cdot d_{cm}^3}{6} - \frac{\pi \cdot d_c^3}{6} \quad (3.7)$$

avec d_{cm} Avec d_c , le diamètre des collecteurs mouillés et secs respectivement.

Le diamètre des collecteurs mouillés peut ainsi être déterminé :

$$d_{cm} = d_c \cdot \left(1 + \frac{\beta}{1 - \varepsilon}\right)^{1/3} \quad (3.8)$$

La loi d'Ergun, classiquement utilisée pour des milieux granulaires secs, est employée pour l'estimation de la perte de charge du lit mouillé pour différents débits de liquide et de gaz. La présence de liquide est prise en compte par l'intermédiaire du diamètre des collecteurs mouillés, d_{cm} , et de la porosité du lit granulaire mouillé, ε_m . La constante k_1 , fonction de la porosité du milieu, est estimée par l'expression d'Ingmanson and Andrew (1963) alors que la constante k_2 a été corrélée au diamètre des collecteurs mouillés et à la porosité du lit granulaire mouillé suite à des essais expérimentaux (*Khrouni et al., 2020*). A noter que Specchia et Baldi (1977) ont aussi rapporté une modification des constantes k_1 et k_2 lors du mouillage d'un lit granulaire.

$$\frac{\Delta P}{Z} = k_1 \cdot \frac{(1 - \varepsilon_m)^2}{d_{cm}^2 \cdot \varepsilon_m^3} \cdot \mu_G \cdot U_G + k_2 \cdot \frac{1 - \varepsilon_m}{d_{cm} \cdot \varepsilon_m^3} \cdot \rho_G \cdot U_G^2 \quad (3.9)$$

$$k_1 = 36 \cdot \frac{3.5 \cdot \varepsilon_m^3}{(1 - \varepsilon_m)^{0.5}} [1 + 57 \cdot (1 - \varepsilon_m)^3] \quad (3.10)$$

$$k_2 = 7 \cdot \left(\frac{d_{cm}}{d_m}\right)^2 \cdot \frac{\varepsilon_m}{(1 - \varepsilon_m)^2} \quad (3.11)$$

Les résultats du modèle sont comparés aux valeurs expérimentales obtenues avec différentes tailles de collecteurs (2, 5 et 10 mm) et pour différents débits de liquide (Figure 3.8). A plus ou moins 25 % près, le modèle prédit correctement les pertes de charge du lit granulaire arrosé pour des débits modérés de liquide. L'estimation de la perte de charge est notamment très satisfaisante pour la configuration identifiée comme le meilleur compromis en termes de performances, à savoir un débit de liquide de 12 L/min et des collecteurs de 5 mm de diamètre. Au-delà de 12 L/min, le régime d'écoulement n'est plus ruisselant ce qui pourrait conduire à un mouillage moins homogène des collecteurs, la création de passages préférentiels pour le gaz et de poches de liquide ainsi que l'accumulation de liquide au niveau de la grille de supportage des collecteurs. L'ensemble de ces phénomènes explique que le modèle, développé en supposant que le liquide s'écoule sous forme de film et est réparti de façon homogène à la surface de collecteurs parfaitement mouillés, ne soit plus prédictif au-delà de ce débit volumique d'arrosage.

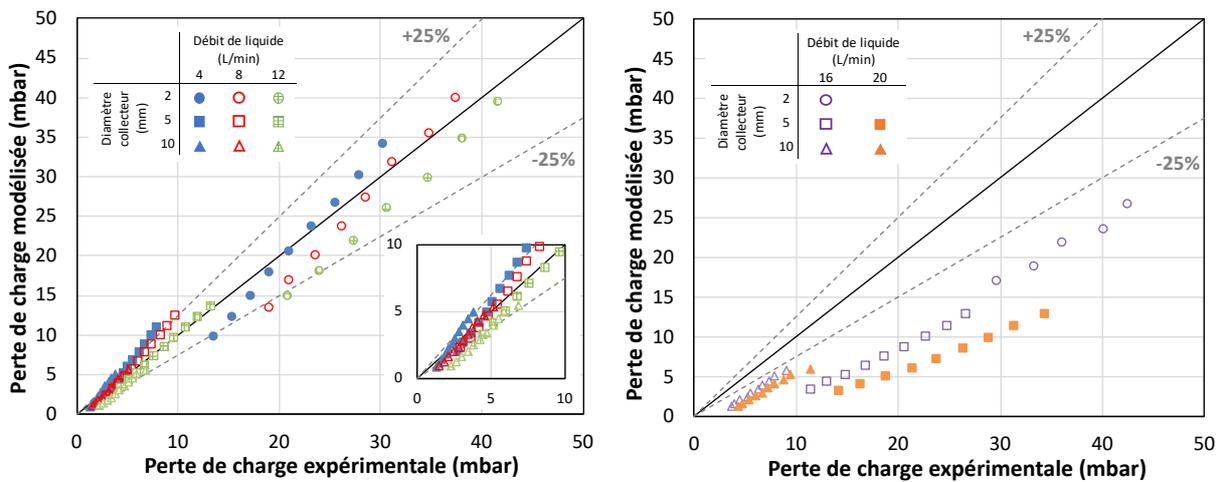


Figure 3.8 : Diagramme de parité des pertes de charge modélisée et expérimentale pour un débit volumique de gaz de 20 m³/h, des diamètres de collecteurs et des débits volumiques de liquide variables

L'efficacité de collecte d'un lit granulaire arrosé est aussi prédite par la prise en compte du diamètre des collecteurs mouillés et de la porosité du lit granulaire mouillé (Mann et Goren, 1984) :

$$E_{TB} = 1 - \exp\left(-\frac{3}{2} \cdot \frac{(1 - \varepsilon_m) \cdot Z}{d_{cm}} \cdot \eta_T\right) \quad (3.12)$$

avec Z l'épaisseur du milieu poreux et η_T l'efficacité unitaire globale fonction de l'efficacité unitaire (η_i) de chacun des mécanismes de collecte.

Dans le domaine diffusionnel, l'écart observé entre le modèle théorique et les valeurs expérimentales pour un lit granulaire sec s'explique par la présence d'effets électrostatiques non pris en compte dans la modélisation. Ce mécanisme additionnel significatif dans la gamme 20-100 nm (Givèhchi et al., 2015) semble néanmoins être masqué par la présence d'eau à la surface des collecteurs. Pour les particules microniques, en présence comme en absence d'eau, les modèles théoriques permettent de prédire de façon satisfaisante les efficacités fractionnelles expérimentales.

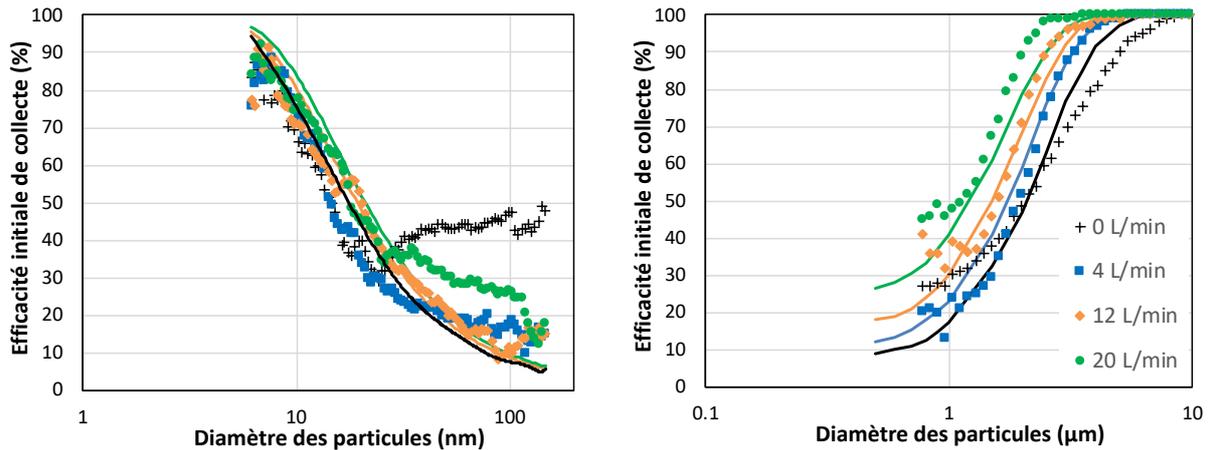


Figure 3.9 : Efficacités spectrales modélisée et expérimentale pour des collecteurs de 5 mm, un débit volumique de gaz de 20 m³/h et des débits volumiques de liquide variables (Khirouni et al., 2020)

Tableau 3.1: Modèles d'efficacité unitaire de collecte par les différents mécanismes

Mécanisme	Modèle	
Diffusion (Tardos et al., 1978)	$\eta_D = 4 \cdot g(\varepsilon_m) \cdot Pe^{-2/3}$ $g(\varepsilon_m) = \frac{1.09}{\varepsilon_m}$	$Pe = \frac{U_G \cdot d_{cm}}{D_{diff}}$ $D_{diff} = \frac{k_B \cdot T \cdot Cu}{3 \cdot \pi \cdot \mu_G \cdot d_p}$
Interception (Mann et Goren, 1984) (Otani et al., 1989)	$\eta_R = 1.5 \cdot g(\varepsilon_m)^3 \cdot R^2$ Pour les nanoparticules $\eta_R = 16 \cdot R^{2-A}$ Pour les particules microniques	$R = \frac{d_p}{d_{cm}}$ $A = \frac{Re}{(Re^{1/3} + 1)^3}$
Impaction (Otani et al., 1989)	$\eta_I = \frac{St_{eff}^3}{0.014 + St_{eff}^3}$	$St_{eff} = St \cdot \left(1 + \frac{1.75 \cdot Re \cdot \varepsilon_m}{150 \cdot (1 - \varepsilon_m)}\right)$ $St = \frac{Cu \cdot \rho_p \cdot d_p^2 \cdot U_G}{9 \cdot \mu_G \cdot d_{cm}}$

Conclusion

La solution mise en œuvre, consistant en l'arrosage en continu d'un lit granulaire, a montré toute sa pertinence par le maintien de la perte de charge constante au cours de la filtration. Par ailleurs, la présence de liquide ne dégrade pas l'efficacité de collecte des nanoparticules, comparativement à un lit granulaire sec, et induit une amélioration dans le domaine micronique principalement liée à la diminution de la porosité du lit. Ainsi, sous réserve d'optimisation des débits de gaz et de liquide et des caractéristiques du lit (épaisseur et diamètre des collecteurs) et de maintien d'un régime de ruissellement, le lit granulaire arrosé peut être une alternative intéressante pour les applications de dépoussiérage nécessitant une perte de charge limitée et constante. L'approche prédictive basée sur la variation des caractéristiques du lit due à la rétention liquide semble suffisante pour prédire l'efficacité de filtration et la perte de charge du lit granulaire arrosé et peut être un outil intéressant de prédimensionnement pour ce type de séparateur. Malgré ses performances prometteuses tant vis-à-vis des particules microniques (Thieffry et al., 2018) que nanométriques (Khirouni et al., 2020), une limitation de cette solution réside dans la nécessité de traiter le liquide chargé en particules et ce même s'il a été démontré que l'arrosage en continu du lit granulaire par un liquide concentré en particules ne dégradait pas ses performances (Thieffry et al., 2018).

3.2. Les colonnes à bulles

Une colonne à bulles est un contacteur gaz/liquide généralement employé pour des opérations unitaires de transfert de matière entre les deux phases (absorption). Elle se présente classiquement sous la forme d'un cylindre vertical, rempli de liquide, à la base duquel le gaz à traiter est injecté par l'intermédiaire d'un distributeur. Le principe repose sur la dispersion du gaz dans le liquide sous forme de bulles ; puis la collecte à l'interface gaz/liquide des particules initialement présentes dans les bulles. Les particules non collectées dans la bulle se retrouvent ainsi en sortie de colonne suite à l'explosion des bulles à la surface du liquide (Figure 3.10). Selon les conditions opératoires, les propriétés physiques du milieu et du gaz, ainsi que le diamètre de la colonne, le gaz traverse la colonne sous forme de bulles ou de bouchons (Deckwer, 1992 ; Trambouze et Euzen, 2002). Un régime de bullage homogène, favorisé à faibles vitesses superficielles de gaz et pour des distributeurs poreux ou frittés, se caractérise par un minimum de coalescence. Le gaz traverse ainsi la colonne sous forme de fines bulles, assimilables à des sphères, à une vitesse ascensionnelle relativement homogène et se déplaçant, les unes derrière les autres, en chapelets verticaux, dans toute la masse de liquide expansé. Ce régime est à privilégier car l'augmentation du débit de gaz entraîne la formation de bulles plus volumineuses, de forme irrégulière, dont l'ascension dans la colonne s'effectue de manière turbulente et chaotique en coalesçant et se fragmentant fréquemment. Pour des vitesses de gaz encore plus importantes, une transition s'opère entre ce régime de bullage hétérogène et un régime à bouchons, caractérisé par l'ascension de poches de gaz, de diamètre proche de celui de la colonne.

Par opposition aux médias fibreux, la collecte des particules en milieu liquide limite les risques d'exposition des opérateurs et d'explosion durant les phases de maintenance et de manutention. Les coûts limités d'installation et de maintenance de ce type de séparateur, ainsi que leur capacité à traiter des volumes importants, peuvent en faire une alternative crédible aux médias fibreux, d'autant que la perte de charge n'évolue pas au cours du temps de par l'absence de colmatage.

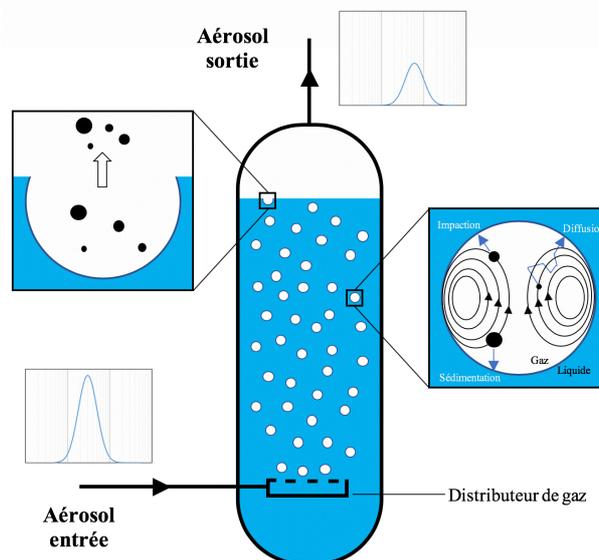


Figure 3.10 : Schéma de principe d'une colonne à bulle

Cependant, peu d'études expérimentales ont été consacrées à la séparation gaz/solide par des colonnes à bulles et la plupart se focalisent sur l'efficacité vis-à-vis de particules submicroniques à microniques (Fuchs, 1964 ; Meikap et Biswas, 2004 ; Bandyopadhyay et Biswas, 2006). Elles mettent en évidence que l'efficacité de collecte des particules microniques augmente avec la vitesse du gaz (promotion des phénomènes inertiels) et avec la hauteur du liquide de piégeage et par conséquent avec le temps de séjour.

On peut également observer que l'ajout d'un surfactant dans le liquide induit à une diminution de la taille des bulles (Hermeling et Weber, 2010) et donc une augmentation de l'efficacité de collecte (Yuu et al., 1977). La seule courte étude consacrée à l'efficacité de séparation de ces systèmes d'épuration vis-à-vis des particules nanométriques recommande également une augmentation du temps de séjour pour améliorer le transfert des particules vers la phase liquide (Koch et Weber, 2012).

Le dépôt d'aérosols dans une bulle en ascension a, par ailleurs, été décrit par Pich et Schütz (1991). La démonstration théorique met en évidence que, pour une hauteur de colonne d'eau donnée, la collecte de particules à l'intérieur d'une bulle en ascension dépend exclusivement d'un coefficient global d'absorption, fonction des différents mécanismes de collecte, à savoir la diffusion brownienne, l'impaction inertielle et la sédimentation. En faisant l'hypothèse de mécanismes indépendants et additifs, le coefficient global peut être déterminé en sommant les trois coefficients d'absorption spécifiques. Dans le cas de particules ultrafines, les mécanismes d'inertie et de sédimentation peuvent être considérés comme négligeables devant le mécanisme diffusionnel. En considérant un diamètre des bulles constant et un régime de bullage homogène, l'efficacité de collecte de la colonne peut ainsi s'exprimer selon trois paramètres principaux ; à savoir, la taille des particules à séparer, la hauteur de liquide mise en jeu et le diamètre des bulles en ascension dans la colonne.

$$E = 1 - \exp\left(5,1 \cdot \left(\frac{\mathcal{D}}{U_b \cdot d_b^3}\right)^{1/2} \cdot h\right) \quad (3.13)$$

où \mathcal{D} est le coefficient de diffusion (m^2/s), U_b la vitesse ascensionnelle de la bulle dans le liquide (m/s), fonction du diamètre de la bulle, d_b , et h la hauteur de fluide (m).

Gaddis et Vogelpohl (1986) ont notamment développé une corrélation pour prédire le diamètre de ces bulles en se basant sur la taille des orifices du distributeur, le débit de gaz ainsi que la tension superficielle, la masse volumique et la viscosité cinématique du liquide de collecte.

$$d_b = \left(\left(\frac{6 \cdot d_o \cdot \sigma}{\rho \cdot g} \right)^{4/3} + \left(\frac{81 \cdot \nu \cdot Q_o}{\pi \cdot g} \right) + \left(\frac{135 \cdot Q_o^2}{4 \cdot \pi^2 \cdot g} \right)^{4/5} \right)^{1/4} \quad (3.14)$$

où d_o est le diamètre de l'orifice (m), σ la tension superficielle (N/m), ρ la masse volumique (kg/m^3), et ν la viscosité cinématique (m^2/s) du liquide de collecte, g l'accélération de la gravité (m/s^2) et Q_o le débit de l'aérosol à travers les orifices de bullage (m^3/s).

De plus, Davies et Taylor (1950) ont corrélié la vitesse ascensionnelle de bulles sphériques à leur volume (V_b) :

$$U_b = 2,4 \cdot \left(\frac{\pi \cdot d_b^3}{6} \right)^{1/6} \quad (3.15)$$

Approche expérimentale

Des expériences préliminaires menées pour 4 niveaux de liquide de piégeage (eau) et un débit de 4 L/min (soit une vitesse de gaz par orifice de 21,2 m/s) mettent en évidence que l'efficacité de collecte de particules ultrafines augmente avec la hauteur de liquide dans la colonne (Figure 3.10) du fait d'une augmentation du temps de séjour des particules dans la colonne et donc une amélioration du transfert des particules du gaz à la phase liquide (Charvet et al., 2011 ; Cadavid-Rodriguez, 2015). Ces mesures, réalisées sur des particules de cuivre et de PVAc, montrent une continuité des résultats et donc que la nature de nanoparticules n'a pas d'influence notable sur l'efficacité de collecte de la colonne à bulles.

De plus, une zone de forte pénétration, similaire à celle observée sur les médias fibreux, est mise en évidence et s'explique par une diminution de l'efficacité de collecte par diffusion lorsque le diamètre des particules augmente.

Même si cette technique séparative ne permet pas d'atteindre des efficacités aussi élevées que les médias fibreux vis-à-vis des nanoparticules, elle n'en demeure pas moins une alternative crédible de par son fonctionnement à perte de charge constante. Une augmentation de l'efficacité est néanmoins possible mais se fera inévitablement au détriment du coût énergétique puisque l'augmentation de la hauteur de liquide comme la génération de bulles de faible diamètre se traduiront par un accroissement de la perte de charge.

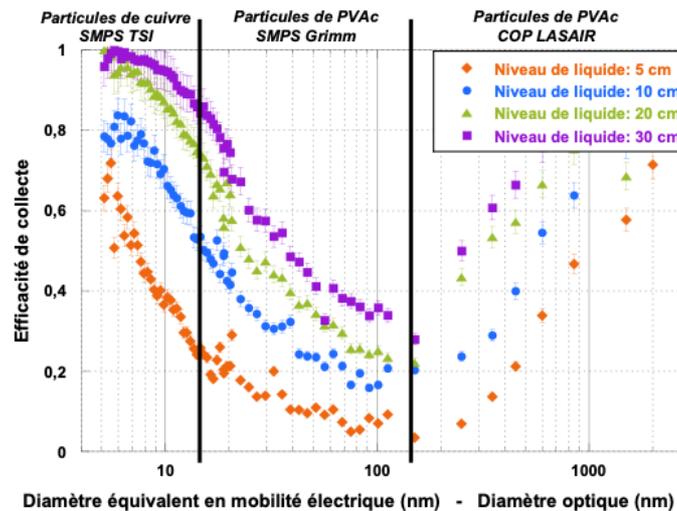


Figure 3.11 : Influence de la hauteur du liquide de piégeage sur l'efficacité de collecte des particules ultrafines

Amélioration des performances par ajout d'un garnissage

Dans une optique d'intensification des performances et pour éviter de devoir réduire considérablement la taille des orifices de bullage et donc augmenter significativement la dépense énergétique, le choix s'est porté sur l'ajout d'un garnissage dans la colonne pour réduire la taille des bulles. La présence d'un garnissage présente aussi l'avantage de limiter substantiellement le phénomène de coalescence dans une colonne à bulles (Charpentier, 1976). L'ajout d'un lit granulaire immergé conduit à une nette amélioration des performances sans permettre d'atteindre l'efficacité de collecte d'un lit fixe composé de la même hauteur de billes. Cependant, l'utilisation d'un lit granulaire (non immergé) aboutirait aux mêmes problèmes qu'un média fibreux, à savoir le colmatage progressif et la nécessité de décolmater régulièrement le lit pour abaisser la perte de charge. L'utilisation d'un garnissage immergé dans la colonne à bulles permet d'augmenter l'efficacité tout en permettant la collecte des particules ultrafines dans en phase liquide. En effet, la présence d'un garnissage, de par sa tortuosité, augmente le temps de séjour des bulles dans la colonne et ainsi la probabilité des particules d'arriver à l'interface air/eau pour être collectées dans le liquide. Néanmoins, comme dans toute opération unitaire de séparation, un compromis doit être trouvé entre l'efficacité du transfert de masse et la dépense énergétique (Cadavid-Rodriguez, 2015) (Figure 3.12).

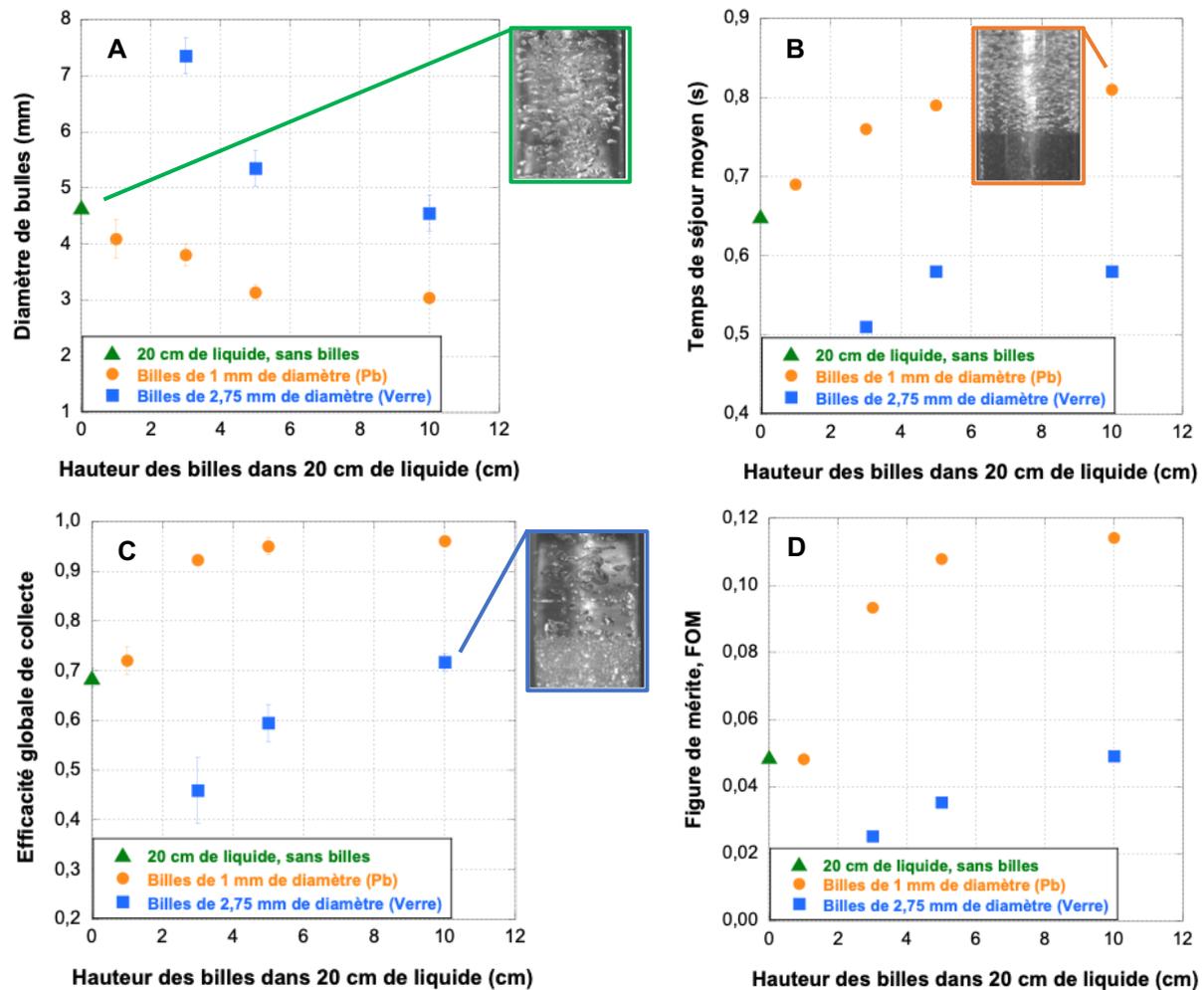


Figure 3.12 : Influence de la hauteur, de la nature et de la taille du garnissage sur (A) Taille des bulles (B) Temps de séjour moyen ; (C) Efficacité globale de collecte ; (D) Facteur de mérite

Ainsi diminuer le diamètre des billes aboutit à la formation de pores moins volumineux au sein du lit granulaire immergé et à la formation de bulles d’air plus « écrasées » ce qui facilite la collecte des particules ultrafines dans les bulles au cours de leur ascension dans la colonne. Néanmoins, l’utilisation de billes trop fines dégrade les performances du dispositif de séparation de par une fluidisation du lit et la création de passages préférentiels à l’origine d’une coalescence des bulles. La présence d’une trop faible épaisseur de garnissage aboutit aux mêmes conclusions.

Le facteur de mérite, défini comme le rapport entre l’efficacité de collecte des particules ultrafines et la perte de charge, permet de comparer les configurations de lit granulaire immergé. Une bonne performance de la colonne à bulles passant par une grande efficacité de collecte couplée à une perte de charge minimale, ce facteur doit être maximisé.

$$FM = \frac{-\ln(1 - E)}{\Delta P} \quad (3.16)$$

Une solution peut ainsi être de travailler avec des billes de masse volumique plus importante pour limiter le phénomène de fluidisation et réduire la taille des bulles. L’augmentation de la hauteur permet d’accroître le temps de séjour des bulles dans la colonne (et donc l’efficacité) sans toutefois détériorer la dépense énergétique ; la perte de charge étant majoritairement gouvernée par la hauteur de liquide et le passage à travers la plaque perforée.

3.3. Comparatif des méthodes alternatives

Si l'efficacité de filtration des nanoparticules ne pose pas de problème particulier sous réserve d'un média filtrant adapté aux caractéristiques de l'aérosol et aux conditions opératoires, la problématique essentielle de cette opération de séparation réside dans la forte augmentation de la perte de charge des médias fibreux au cours du colmatage de par la grande surface spécifique des nanoparticules ou particules nanostructurées. Des solutions alternatives ont ainsi été explorées pour essayer de s'affranchir des inconvénients liés au colmatage. Si aucune n'est, à l'heure actuelle, satisfaisante et ne peut remplacer les médias fibreux en termes d'efficacité notamment, elles présentent néanmoins un avantage certain en termes de perte de charge en limitant le colmatage (Tableau 3.2). La liste n'est bien entendu pas exhaustive et peut s'y ajouter l'électrofiltration dont le principe repose, successivement, sur une ionisation des molécules d'air, une charge des particules en suspension (par champ ou par diffusion selon leur taille), une dérive des particules chargées dans un champ électrique et leur collecte à la surface d'une électrode collectrice. Les performances d'un précipitateur électrostatique sont fortement dépendantes tant du temps de séjour des particules dans le séparateur que des propriétés des particules, notamment leur taille et leur résistivité. Ces précipitateurs électrostatiques dont la perte de charge est limitée présentent néanmoins, comme les médias fibreux, un minimum d'efficacité (MPPS) compris entre 0,1 et 1 μm , selon les conditions opératoires (Morawska et al., 2002 ; Byeon et al., 2006). En effet, la charge par champ étant prépondérante pour les particules microniques et la charge par diffusion pour les nanoparticules, les particules de taille intermédiaire possèdent une mobilité limitée dans un champ électrique. Des électrofiltres humides peuvent également être mis en œuvre pour la collecte des particules et permettent de surcroît d'absorber certains gaz (SO_2 , H_2S , HCl , ...). L'ajout d'un fil de liquide tombant limite néanmoins la température de fonctionnement des électrofiltres humides et nécessite la mise en place d'une autre opération unitaire pour le traitement du liquide chargé en particules.

Tableau 3.2 : Comparatif des alternatives à la filtration par médias fibreux

	Avantages	Inconvénients	
Lits granulaires	Fixe	Tolérance aux hautes températures Possibilité d'optimisation des performances (lit multicouche)	Encombrement Performances initiales Nécessité de décolmatage
	Arrosé	Perte de charge et efficacité constantes au cours du temps	Traitement du liquide nécessaire
	Circulant	Tolérance aux hautes températures Perte de charge et efficacité constantes au cours du temps	Nettoyage des collecteurs Difficulté de mise en œuvre (circulation des collecteurs)
Électrofiltres	Perte de charge constante Maintenance limitée	Encombrement Coût d'investissement Risque d'explosion Efficacité pour les nanoparticules	
Laveurs	Perte de charge et efficacité constantes au cours du temps	Perte de charge (colonne à bulles) Traitement du liquide nécessaire	

3.4. Perspectives de recherche

Même si les médias fibreux, de par leurs performances et une fiabilité éprouvée, restent plébiscités pour l'immense majorité des applications, les potentialités d'autres types de séparateurs gaz/solide ne sont pas à négliger. Les mousses, utilisées dans certains préleveurs individuels, pourraient faire partie de ces candidats. Une collaboration, dans le cadre d'un projet ANR JCJC porté par l'Université de Strasbourg, nous a récemment amené à étudier la perméabilité et l'efficacité de mousses en mélamine. Si ces milieux sont extrêmement poreux, de l'ordre de 99,5%, leur efficacité dans le domaine diffusionnel n'est néanmoins pas négligeable. Grâce à une perte de charge très limitée, des premiers essais, à confirmer dans le futur, montrent une figure de mérite équivalente voire supérieure à celle d'un média fibreux moyenne efficacité pour des particules ultrafines. Outre cet aspect efficacité, ce matériau présente l'avantage de posséder une capacité de stockage très importante au vu de sa porosité ce qui peut constituer un atout pour une utilisation comme étage de préfiltration (cf. associations de filtres du chapitre 2). L'exploitation de ses propriétés de compressibilité, notamment lors d'opérations de décolmatage, est un autre aspect qui mériterait des investigations.

Par ailleurs, une approche d'expérimentations numériques avec le module FoamGeo de GeoDict®, similaire à celle menée et envisagée sur les médias fibreux, pourrait permettre de réaliser une présélection des propriétés structurales des mousses (porosité, taille des pores, diamètre des « fibres ») sans passer par une étape expérimentale chronophage. Ces simulations pourraient permettre d'aboutir, à moyen terme, au développement de corrélations pour la prédiction de l'efficacité et de la perte de charge de mousses. En effet, s'il en existe quelques-uns dans la littérature scientifique (Clark et al., 2009 ; Hellmann et al. 2015), ces modèles sont empiriques et validés uniquement sur une structure particulière de mousse.

Références

- Bandyopadhyay A., Biswas M.N. (2006). Fly-Ash Scrubbing in a Tapered Bubble Column Scrubber. *Process Safety and Environmental Protection* 84:54-62.
- Bémer D., Subra I., Morele A., Charvet A., Thomas D. (2013). Experimental study of granular bed filtration of ultrafine particles emitted by a thermal spraying process. *Journal of Aerosol Science* 63:25-37.
- Brown R.C., Shi H., Colver G., Soo S.C. (2003). Similitude study of a moving bed granular bed. *Powder Technology* 138:201-210.
- Byeon J.H., Hwang J., Park J.H., Yoon K.Y., Ko B.J., Kang S.H., Ji J.H. (2006). Collection of submicron particles by an electrostatic precipitator using a dielectric barrier discharge. *Journal of Aerosol Science* 37:1618-1628.
- Cadavid-Rodriguez M.C. (2015). Les laveurs : une alternative aux médias fibreux pour le traitement des nanoparticules issues des fumées de métallisation ? Thèse de doctorat de l'Université de Lorraine.
- Charpentier J.C. (1976). Recent progress in two phase gas-liquid mass transfer in packed beds. *The Chemical Engineering Journal* 11:161-181.
- Charvet A., Bardin-Monnier N., Thomas D. (2011). Can bubble columns be an alternative to fibrous filters for nanoparticles collection? *Journal of Hazardous Materials* 195:432-439.
- Charvet A., Wingert L., Bardin-Monnier N., Pacault S., Godoy C., Ribeyre Q., Thomas, D. (2017) Visualization of airborne nanoparticle deposits onto spherical collectors. *Separation and Purification Technology* 172:119-129.
- Charvet A., Wingert L., Bardin-Monnier N., Pacault S., Fournier F., Bémer D., Thomas D. (2019). Multi-staged granular beds applied to the filtration of ultrafine particles: an optimization of collector diameters. *Powder Technology* 342:341-347.
- Chen Y.S., Hsiau S.S., Lai S.C., Chyou Y.P., Li H.Y., Hsu C.J. (2009). Filtration of dust particulates with a moving granular bed filter. *Journal of Hazardous Materials* 171:987-994.
- Chen Y.S., Hsiau S.S., Lee H.Y., Chyou Y.P. (2012). Filtration of dust particulates using a new filter system with louvers and sublouvers. *Fuel* 99 :118-128.
- Chen Y.S., Hsiau S.S., Smid J., Wu J., Ma S. (2016). Removal of dust particles from fuel gas using a moving granular bed filter. *Fuel* 182 :174-187.
- Chen Y.S., Hsu C.J., Hsiau S.S., Ma S.M. (2017). Clean coal technology for removal dust using moving granular bed filter. *Energy* 120:441-449.
- Clark P., Koehler K.A., Volckens J. (2009). An improved model for particle deposition in porous foam. *Aerosol Science* 40:563-572.
- Davies R.M., Taylor G.I. (1950). The Mechanics of Large Bubbles Rising through Extended Liquids and through Liquids in Tubes. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 200:375-390.
- Deckwer W.D. (1992). *Bubble column reactors*, Wiley.
- El-Hedok A., Whitmer L., Brown R.C. (2011). The influence of granular flow rate on the performance of a moving bed granular filter. *Powder Technology* 214:69-76.
- Fichman M., Gutfinger C., Pnueli D. (1988). Effect of particle loading on granular bed filtration - The cluster enhanced filter model. *Journal of Aerosol Science* 19:425-441.
- Fuchs N.A. (1964). *The mechanics of aerosols*. Rev. and enl. ed. Macmillan.

- Gaddis E.S., Vogelpohl A. (1986). Bubble formation in quiescent liquids under constant flow conditions. *Chemical Engineering Science* 41:97-105.
- Givehchi R., Li Q., Tan Z. (2015). The effect of electrostatic forces on filtration efficiency of granular filters. *Powder Technology* 277:135–140.
- Guan L., Gu Z., Yuan Z., Yang L., Zhong W., Wu, Y., Sun S. (2016). Numerical study on the penetration of ash particles in a three-dimensional randomly packed granular filter. *Fuel* 163:122-128.
- Hellmann A., Pitz M., Schmidt K., Haller F., Ripperger S. (2015). Characterization of An Open-Pored Nickel Foam with Respect to Aerosol Filtration Efficiency by Means of Measurement and Simulation. *Aerosol Science and Technology* 49:16-23.
- Hermeling M., Weber A.P. (2010). Nanoparticle separation from rising bubbles in aqueous solutions. *Proceedings of World Congress on Particle Technology, Nuremberg (Germany)*.
- Hsiao S.S., Smid J., Tsai S.A., Tzeng C.C., Yu Y.J. (2008). Flow of filter granules in moving granular beds with louvers and sublouvers. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 47:2084-2097.
- Ingmanson W., Andrew B. (1963). High velocity flow through fibre mats. *TAPPI* 3:150-155.
- [Khirouni N., Charvet A., & Thomas D. \(2020\). Filtration of airborne particles by a trickle granular bed: A modelling approach. *Environmental Technology* 40:3387-3395.](#)
- Koch D., Weber A.P. (2012). Separation of gas-borne nanoparticles in bubble columns. *Journal of Aerosol Science* 53:61-75.
- Kuo Y.-M., Huang S.-H., Lin W.-Y., Hsiao M.-F., Chen C.-C. (2010). Filtration and loading characteristics of granular bed filters. *Journal of Aerosol Science* 41:223-229.
- Lee K.C., Pfeffer R., Squires A.M. (2005). Granular-bed filtration assisted by filter-cake formation 1. Exploiting a new mode of soil failure for renewal of filtration surfaces in a panel bed. *Powder Technology* 155:5-16.
- Mann L.A., Goren S.L. (1984). Aerosol capture in granular beds in the sedimentation and diffusion dominated regimes. *Aerosol Science and Technology* 3:195-213.
- Meikap B.C., Biswas M.N. (2004). Fly-ash removal efficiency in a modified multi-stage bubble column scrubber. *Separation and Purification Technology* 36:177-190.
- Morawska L., Agranovski V., Ristovski Z., Jamriska M. (2002). Effect of face velocity and the nature of aerosol on the collection of submicrometer particles by electrostatic precipitator, *Indoor Air* 12:129-13.
- Otani Y., Kanaoka C., Emi H. (1989). Experimental study of aerosol filtration by the granular bed over a wide range of Reynolds numbers. *Aerosol Science and Technology* 10:463-474.
- Pareto V. (1906). *Manuale di Economia Politica*. Societa Editrice Libreria, Milano. Translated into English by Ann S. Schwier, edited by Ann S. Schwier and Alfred N. Page (1971), *Manual of Political Economy*. Augustus M. Kelley, New York.
- Pich J., Schütz W. (1991). On the theory of particle deposition in rising gas bubbles: The absorption minimum. *Journal of Aerosol Science* 22:267-272.
- Peukert W., Löffler F. (1991). Influence of temperature on particle separation in granular bed filters. *Powder Technology* 68:263-270.
- Ranade V., Chaudhari R.V., Gunjal P.R. (2011). *Trickle Bed Reactors: Reactor Engineering & Applications*. Elsevier Editions.

- Rodon I., Lee K.C., Pfeffer R., Squires A.M., Sonju O.K. (2005). Granular-bed filtration assisted by filter-cake formation 2. The panel bed gas filter with puffback renewal of gas-entry surfaces. *Powder Technology* 155:52-61.
- Saxena S.C., Henry R.F., Podolski W.F. (1985). Particulate removal from high-temperature, high-pressure combustion gases. *Progress in Energy and Combustion Science* 11:193-251.
- Shi K., Yang G., Huang S., Tian S., Hu Z., Huang B. (2015). Study on Filtering Characteristics of Aerosol Particulates in a Powder-Grain Dual-Layer Granular Bed. *Powder Technology* 272:54-63.
- Slowinski R. (1992). *Intelligent decision support: Handbook of Applications and Advances of the Rough Sets Theory*. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.
- Specchia V., Baldi G. (1977). Pressure drop and liquid holdup for two phase concurrent flow in packed beds. *Chemical Engineering Science* 32:515-523.
- Squires A.M. (2005). Granular-bed filtration assisted by filter-cake formation 4. Advanced designs for panel-bed filtration and gas treating. *Powder Technology* 155:74-84.
- Tardos G.I., Abuaf N., Gutfinger C. (1978). Dust deposition in granular bed filters: Theories and experiments. *Journal of the Air Pollution Control Association* 28:354-363.
- Thibault J., Taylor D., Yanofsky C., Lanouette R., Fonteix C., Zaras K. (2003). Multicriteria optimization of a high yield pulping process with rough sets. *Chemical Engineering Science* 58:203-213.
- Thieffry G. (2018). *Procédé alternatif pour l'épuration des fumées de hauts fourneaux*. Thèse de doctorat de l'Université de Lorraine.
- [Thieffry G., Charvet A., Bardin-Monnier N., & Thomas D. \(2018\). Trickle bed applied to the post-treatment of blast furnace dust. *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering* 13:e2161.](#)
- Tian S.R., Yang G.H., Li Z., Shi K.Y., Ding G.Z., Hu Z.F. (2016). Cascade filtration properties of a dual-layer granular bed filter. *Powder Technology* 301:545-556.
- Tien C., Turian R.M., Pendse H. (1979). Simulation of the dynamic behavior of deep bed filters. *AIChE Journal* 25:385-395.
- Tien C. (1989). *Granular Filtration of Aerosols and Hydrosols*, 1st ed., Butterworths, London.
- Trambouze P., Euzen J.P. (2002). *Les réacteurs chimiques : de la conception à la mise en œuvre*. Éditions OPHRYS.
- Tsubaki J., Tien C. (1988). Gas filtration in granular moving beds – an experimental study. *Canadian Journal of Chemical Engineering* 66:271-275.
- Wingert L. (2017). *Séparation de particules ultrafines métalliques par lits granulaires*. Thèse de doctorat de l'Université de Lorraine.
- [Wingert L., Bardin-Monnier N., Charvet A., Bémer D., Thomas D. \(2017\). Modeling of the deep granular bed clogging by nanoparticles. *Separation and Purification Technology* 176:384-394.](#)
- Wu M.S., Lee K.C., Pfeffer R., Squires A.M. (2005). Granular-bed filtration assisted by filter-cake formation 3. Penetration of filter cakes by a monodisperse aerosol. *Powder Technology* 155:62-73.
- Xiao G., Wang X., Zhang J., Ni M., Gao X., Luo Z., Cen K. (2013). Granular bed filter: A promising technology for hot gas clean-up. *Powder Technology* 244:93-99.
- Yang G., Zhou Y. (2007). Experimental Study on a New Dual-Layer Granular Bed Filter for Removing Particulates. *Journal of China University of Mining and Technology* 17:201-204.
- Yuu S., Jotaki T., Abe K. (1977). Investigation of the collection mechanism in absorption of aerosols by bubbling through water. *Powder Technology* 17:115-122.

BILAN & PROJET DE RECHERCHE

Les activités développées au sein de l'équipe SAFE du LRGP depuis de nombreuses années s'inscrivent dans une démarche de compréhension des mécanismes de collecte des aérosols avec en toile de fond la sécurité des procédés, de l'environnement et des personnes. Depuis mon arrivée en 2009, le focus a été mis sur la séparation des nano-aérosols dans une optique d'intensification des performances et de la consommation énergétique. Les études portent entre autres sur la caractérisation des particules nanostructurées, l'influence des caractéristiques du séparateur et de l'aérosol sur les performances initiales de séparation, la modélisation de l'évolution de la perte de charge et de l'efficacité lors du colmatage, ... Même si les médias fibreux restent le procédé de dépoussiérage le plus usité dans le monde industriel et pour la protection des personnes, des améliorations restent possibles tant sur leur efficacité initiale, leur perte de charge que leur comportement en régime transitoire durant le colmatage. Des études ont ainsi permis d'améliorer leur durée de vie par association en série de couches de propriétés structurales variables et leur décolmatage par la mise en œuvre de précoating (thèse de Nassim KHIROUNI en collaboration avec l'INRS). En milieu industriel, les effluents gazeux n'étant que très rarement constitués uniquement de particules, des travaux ont également permis en mettre en évidence l'influence de l'humidité de l'air sur la perte de charge des filtres (thèse de Quentin RIBEYRE en collaboration avec l'IRSN). Pour pallier le colmatage non réversible des filtres par des particules ultrafines, l'équipe a été amenée à étudier les performances d'autres types de séparateurs comme les colonnes à bulles (thèse de Maria-Cécilia CADAVID RODRIGUEZ en collaboration avec l'INRS). Les travaux menés dans le cadre de la thèse de Loïc WINGERT (en collaboration avec l'INRS) ont également permis de travailler sur l'architecture de lits granulaires conventionnels et d'en optimiser les performances, en termes d'efficacité par une structuration en lits multicouches, en termes d'encombrement et de débits traités par la mise en place de manches et en termes de poids par l'utilisation de billes expansées de très faible masse volumique. En parallèle, les travaux de doctorat de Guillemette THIEFFRY (dans le cadre du projet d'investissement d'avenir VALORCO) ont montré la pertinence d'un arrosage en continu, par un liquide, des collecteurs d'un lit granulaire pour fonctionner à dépense énergétique constante en éliminant en permanence les particules collectées à la surface des collecteurs.

Si jusqu'à présent la majorité des projets menés et encadrés étaient tournés vers l'expérimental et le développement de modèles, un virage progressif de mes activités vers le numérique a été amorcé et devrait se poursuivre à court et moyen termes. Si la pratique demeure nécessaire et indispensable pour valider et confirmer les données issues de simulations numériques, elle nécessite aussi beaucoup plus de temps, de développement et de moyens humains, matériels et financiers. Ainsi, le recours aux expérimentations numériques, impulsé par Nathalie BARDIN-MONNIER, pour la construction de bases de données et le développement de modèles est une perspective majeure au sein de l'équipe. Disposer de modèles robustes pour l'efficacité et la perméabilité de médias fibreux est en effet indispensable pour une meilleure prédiction des performances des filtres industriels mais également dans une optique d'ingénierie inverse ; c'est-à-dire la fabrication de filtres aux propriétés structurales (diamètres des fibres, compacité, épaisseur) adaptées à l'application visée. Le doctorat d'Élise CABASET, débuté en novembre 2023, s'inscrit dans cette volonté de concilier davantage les aspects expérimentaux et numériques et est une première étape d'un travail de longue haleine destiné à une meilleure compréhension et modélisation des propriétés importantes d'un média fibreux, que sont sa perméabilité et son efficacité de collecte. Le recours à la simulation peut aussi permettre de mieux appréhender la complexité structurale d'un média fibreux et en particulier l'impact de la polydispersité des fibres et des hétérogénéités locales, paramètres davantage subis que maîtrisés dans les procédés industriels de fabrication de fibres synthétiques ou de fibres de verre. Couplée à une validation expérimentale, cette approche numérique est également envisagée à très court terme pour tester la pertinence d'autres structures poreuses, telles que des mousses et des médias tissés/tricotés, pour la filtration des aérosols.

A plus long terme, les perspectives en filtration, ou plus généralement en séparation des aérosols, sont nombreuses et devraient indéniablement s'orienter vers la recherche de solutions technologiques à bas coût énergétique et faible impact environnemental tant pour les applications de filtration industrielle que de protection individuelle. Dans cette optique, des recherches sur l'utilisation de fibres végétales ou biosourcées seront nécessaires pour réduire le diamètre de ces fibres, paramètre gouvernant l'efficacité et la perte de charge d'un milieu fibreux, mais également et surtout leur coût de production. L'épisode COVID a bien montré que malgré une volonté (ou une communication) politique de fabriquer des masques chirurgicaux en France, les acheteurs privés comme publics ont continué à s'approvisionner en Asie pour des raisons de coût, avec pour conséquence, la fermeture progressive de nombreuses lignes de production ouvertes spécifiquement suite à la pénurie initiale de masques sur le territoire français. Ainsi la fabrication de médias à base de fibres biosourcées risque de se heurter à la même problématique commerciale et budgétaire, sauf à produire à coût équivalent des fibres végétales ou biosourcées de taille similaire aux fibres actuelles. La faisabilité du développement de tels médias fibreux dépendra également de leurs propriétés mécaniques et notamment, selon l'application visée, leur capacité à être plissés ou mis en forme.

Par ailleurs, les nanofibres offrent également un champ de recherche étendu. De plus en plus de médias fibreux présentent un revêtement de nanofibres et ce malgré un certain risque sanitaire et d'acceptabilité sociétale de ce type de nano-objets. En effet, en plus d'offrir de meilleures efficacités de collecte, la vitesse du fluide est non nulle à la surface de nanofibres ce qui entraîne une moindre résistance à l'écoulement. Un média constitué de l'enchevêtrement de nanofibres présente donc un meilleur facteur de qualité, la diminution du diamètre des fibres promouvant davantage l'efficacité que la perte de charge. Cette complexité supplémentaire dans la description des phénomènes dans une structure fibreuse tridimensionnelle n'est encore que peu prise en compte dans les modèles prédictifs de perméabilité et d'efficacité d'un média fibreux et ouvre des perspectives de recherche intéressantes.

Un effluent gazeux industriel ou l'air d'une ambiance de travail n'est que très rarement constitué d'une seule substance polluante ou d'intérêt mais présente souvent à la fois des particules et des gaz toxiques pour l'homme et l'environnement. Des systèmes intégrés existent d'ores et déjà pour le traitement de l'air intérieur et consistent en l'association en série de filtres à particules et à charbon actif. Même si le traitement séquentiel des pollutions a montré toute sa pertinence et son efficacité, le développement d'approches couplées, pourraient s'avérer intéressantes pour diminuer les coûts et l'encombrement. Selon les applications industrielles et la nature des particules et des substances chimiques, des couplages filtration/adsorption par la mise en œuvre de lits d'adsorbants circulants ou filtration/absorption de lits granulaires arrosés permettraient de traiter simultanément les pollutions gazeuse et particulaire. Un travail important de pilotage et d'intensification de ce type de séparateurs serait néanmoins nécessaire tant en termes de transport et de régénération des collecteurs que de limitation des passages préférentiels.

Annexe A : Curriculum vitae détaillé

Augustin CHARVET	
Né le 3 août 1982 à Bourg-en-Bresse (01)	
Maître de Conférence à l'Université de Lorraine depuis septembre 2009	
IUT Nancy Brabois Dpt Génie Chimique - Génie des Procédés Rue du Doyen Urion - CS90137 - Le Montet 54601 Villers-lès-Nancy Cedex	Laboratoire Réactions et Génie des Procédés Équipe Sécurité Aérosol Filtration Explosion 1 rue Grandville - BP 20451 54001 Nancy
2004 – 2005	Master Recherche, Mention « Éco-techniques » Option « Procédés et biotechnologies de l'environnement » Université de Savoie
2005 – 2008	Thèse de Doctorat en Génie des Procédés, soutenue le 13 Novembre 2008 « Filtration d'aérosols liquides par un média fibreux en position horizontale » Directeur de thèse : Pr. Yves GONTHIER (LOCIE) Université de Savoie
2008 – 2009	Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche (192h TD) PAGORA et Laboratoire Génie des Procédés Papetiers (LGP2) Grenoble INP

A.1 Activités pédagogiques

Depuis mon arrivée au département Génie Chimique - Génie des Procédés de l'IUT Nancy-Brabois, j'ai eu l'opportunité de prendre la responsabilité des projets tutorés et de différentes unités d'enseignement (Opérations Solide / Fluide Environnement, TP Mécanique des fluides et Techniques Séparatives) ainsi que de participer à des modules divers et variés. Ces enseignements se répartissent, en moyenne, de la façon suivante : **15h CM / 90h TD / 150h TP par an**. A ces heures de présentiel, s'ajoute le référentiel pour les différentes responsabilités (direction des études, missions partenariales, projet). Le volume horaire, les effectifs et la nature de ces enseignements sont détaillés dans le tableau ci-dessous. Appartenir à une équipe pédagogique nécessite également une implication dans les tâches collectives telles que la participation à des forums à destination des lycéens, l'organisation de Journées Portes Ouvertes, le suivi des étudiants en stage et en apprentissage, ...

En parallèle, j'ai pris la responsabilité du montage d'une Licence Professionnelle Traitement des Effluents Gazeux. Cette licence accréditée pour la rentrée 2014 n'a malheureusement pu ouvrir faute de candidatures suffisantes (pour les rentrées 2014 et 2015). Cependant, la mise en place du Bachelor Universitaire de Technologie à la rentrée 2021, permet d'inclure une partie des enseignements prévus et construits initialement pour cette LP dans un des parcours du BUT GCGP. Cette construction du programme pédagogique du Bachelor Universitaire de Technologie demande néanmoins un investissement important de la part des enseignants de l'équipe pédagogique. Le passage à une approche par compétences et l'accentuation de la pédagogie par projet nécessitent également une grande adaptabilité.

Annexe A : Curriculum vitae détaillé

Année	Niveau	Diplôme	Intitulé	Nature	Effectifs	Volume horaire annuel
2009-23	L1	DUT GCGP (BUT GCGP depuis sept. 21)	Mécanique des fluides *	TD/TP	≈ 70-80 en CM ≈ 25 en TD ≈ 12 en TP	36h TD ; 56h TP
2009-23			Informatique / Bureautique	TP		12h TP
2019-23			Bilan – Initiation aux OU *	TD		20h
2009-12			Qualité - Environnement	TD/TP		8h TD ; 12h TP
2009-23			Opérations solide/fluide *	CM/TD/TP		14h CM ; 24h TD ; 24h TP
2009-23	L2	DUT GCGP	Techniques Séparatives *	TD/TP	≈ 20 en TD ≈ 12 en TP	14h TD ; 44 à 64h TP
2010-12	L2		Chimie Analytique	TP		32h TP
2009-18	L2		Transfert de matière	TD		16h TD
2009-23	L2		Sécurité des Procédés *	TD		12h TD
2009-23	L1/L2	DUT GCGP	Projets tutorés	Projet	2 à 3 groupes de 3-4 étudiants par an	
2009-23	L2	DUT GCGP	Stage	Stage	2 à 4 visites de stages et/ou apprentis par an	
2018-23	L3	LP AICP**	Mécanique des fluides	TP	≈ 12 en TP	12 h TP
2019-23	M1	ENSIC	Option Aérosols et Sécurité *	CM	≈ 10-20	2h CM

* L'ensemble des CM et une partie importante des TD entre avril 2020 et juillet 2021 ont été donnés en distanciel

** Automatisation, Instrumentation et Conduite des Procédés

Responsabilités administratives locales

- Membre élu du collège "Autres enseignants-chercheurs" (MdC, ATER ...) au Conseil de l'Institut de l'IUT Nancy-Brabois de 2013 à 2017
- Membre de la commission de choix de l'IUT Nancy-Brabois de 2013 à 2021
- Membre du jury de diplôme de l'IUT Nancy-Brabois depuis 2019
- Membre de la commission d'admission DUT (puis BUT) depuis 2020

Responsabilités pédagogiques

- Co-responsable des stages de 2^{ème} année au sein du département Génie Chimique – Génie des Procédés de l'IUT Nancy Brabois depuis 2018
- Directeur des études 2^{ème} année au sein du département Génie Chimique – Génie des Procédés de l'IUT Nancy-Brabois depuis septembre 2019

A.2 Activités de recherche

L'équipe de recherche SAFE (Sécurité, Aérosols, Filtration, Explosion) du LRGP (Laboratoire Réactions et Génie des Procédés, UMR7274) dans laquelle j'ai été intégré en septembre 2009, compte actuellement 8 enseignants chercheurs répartis sur trois grandes thématiques scientifiques : la sécurité des procédés et les explosions de poussières ; l'adsorption ; la filtration des aérosols.

Mes activités de recherche, axées sur les procédés de séparation gaz/solide (de taille nanométrique à micronique), s'articulent autour de l'optimisation des procédés de filtration industrielle, l'étude et l'optimisation de procédés alternatifs (laveurs, lits granulaires), et plus globalement la compréhension des mécanismes de collecte des aérosols avec en toile de fond la sécurité des procédés, de l'environnement et des personnes. Le développement et l'optimisation de techniques séparatives nécessite une maîtrise des outils de métrologie des aérosols. Des études ponctuelles consistent ainsi en du développement méthodologique ou métrologique de façon à parfaitement caractériser les aérosols (solides, liquides, biphasiques).

Implication contractuelle

- **Projet ATENA** (*Amélioration du traitement des Émissions de Nanoparticules*)
 - Durée : 36 mois (2011-14)
 - Financement ADEME dans le cadre de l'appel à projets CORTEA
 - Coordinateur du projet, responsable d'une des 3 tâches et de la gestion financière
 - Porteur : LRGP / Partenaire : INRS
 - Personnels impliqués : 4 enseignants chercheurs, 1 assistant ingénieur et 1 doctorant pour le LRGP ; 3 responsables d'études, 1 technicien et 2 doctorants pour l'INRS
 - Montant du projet : 829 k€ (dont financement ADEME : 187 k€)

- **Projet « Caractérisation des aérosols nanostructurés »**
 - Durée : 12 mois (2013)
 - Financement Région Lorraine
 - Porteur du projet
 - Personnels impliqués : 2 enseignants chercheurs du LRGP
 - Montant du projet : 38 k€ (dont financement Région Lorraine : 19 k€)

- **Projet VALORCO** (*VALOrisation et Réduction des émissions de CO2 en industrie*)
 - Durée : 4 ans (2013-2017)
 - Financement ADEME dans le cadre des Projets d'Investissement d'Avenir (PIA)
 - Participation au Lot 1 dédié à la filtration des gaz de hauts fourneaux
 - Partenaires industriels : ARCELOR MITTAL (porteur), Air Liquide, IFPEN, Linde, ...
 - Partenaires académiques : LRGP, Institut de Chimie de Clermont-Ferrand, Institut Jean Lamour, Université Claude Bernard Lyon 1, ...
 - Montant du projet : 7 900 k€ (part LRGP : 2 300 k€)

- **Projet CASHMERES** (*Combustion Aerosols: Safety, Health, Metrology and REquired Separation processes*)
 - Durée : 1 an (2015-2016)
 - Financement Région Lorraine
 - Coordinateur d'une des 4 tâches
 - Personnels impliqués : 3 enseignants chercheurs du LRGP
 - Montant du projet : 70 k€ (dont financement Région Lorraine : 35 k€)

- **Projet ASTARTE** (*Advanced Solution for TAR TrEatment*)
 - Durée : 36 mois (2016-2019)
 - Programme ANR LabCom (avec Leroux et Lotz Technologies)
 - Responsable d'une tâche et membre du comité de pilotage
 - Personnels impliqués : 4 enseignants chercheurs, 1 chargé de recherche, 1 ingénieur d'études, 1 technicien (12 mois) et 1 ingénieur sur contrat (12 mois) pour le LRGP ; 4 ingénieurs R&D pour Leroux et Lotz Technologies
 - Montant de l'aide ANR : 300 k€

- **Projet MOTUS** (*Masques : Optimisation des Textiles Utilisés contre le SARS*)
 - Durée : 12 mois (Septembre 2020-Aout 2021)
 - Appel à Projets Résilience (ANR-Région Grand-Est)
 - Partenaires : LPMT (Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles), LRGP (Laboratoire Réactions et Génie des Procédés), LGRE (Laboratoire Gestion des Risques et Environnement), CETELOR (Centre d'Essais Textiles Lorrains)
 - Co-responsable de la tâche dédiée à la filtration
 - Personnels impliqués : 3 enseignants chercheurs et 1 assistant ingénieur sur contrat (7 mois) pour le LRGP ; 4 enseignants chercheurs et 1 ingénieur pour le LPMT ; 2 enseignants chercheurs pour le LGRE ; 3 ingénieurs pour le CETELOR
 - Montant de l'aide : 150 k€

- **Projet ReUse sur la réutilisation des masques chirurgicaux**
 - Entre mars 2020 et décembre 2021
 - Collaboration entre des médecins (CHRU Grenoble, Nancy, Tours, Nantes), des instituts de recherches (INRS, IRSN, CEA, INSERM), des chercheurs (Université de Lorraine, IMT Atlantique, IRCELYON, Mines de Saint-Etienne, ...) et des industriels (2B-Innov, Air Liquide, IONISOS ...)
 - Aucun flux financier mais du partage de résultats entre les partenaires

- **Projet RESI-OptiPI (Résilience Est Synergie Innovation - Optimisation des Protections Individuelles)**
 - Durée : 18 mois (Septembre 2020-Février 2022)
 - Appel à Projets Résilience (ANR-Région Grand-Est)
 - Partenaires : CHRU Nancy, LRGP (Laboratoire Réactions et Génie des Procédés), CETELOR (Centre d'Essais Textiles Lorrains), BioSerenity
 - Coordination de la tâche liée aux efficacités des masques
 - Personnels impliqués : 3 enseignants chercheurs et 1 assistant ingénieur sur contrat (5 mois) pour le LRGP ; 3 médecins du CHRU Nancy ; 3 ingénieurs pour le CETELOR
 - Montant de l'aide : 150 k€

- **Projet LIFE (Lithium For Europe)**
 - Durée : 18 mois (Avril 2021-Septembre 2022), prolongation jusqu'en mars 2023
 - Appel à projets collaboratifs de R&D et d'innovation (Région Grand-Est)
 - Partenaires : GEOLITH, TRONOX France SAS, Institut Charles Sadron, LRGP, L2n (Laboratoire Lumière, nanomatériaux et nanotechnologies)
 - Co-responsable d'une tâche
 - Personnels impliqués : 2 cadres de direction, 2 ingénieurs, 1 technicien pour GEOLITH ; 2 ingénieurs pour TRONOX ; 2 enseignants chercheurs et 2 post-doctorants (12 mois) pour l'institut Charles Sadron ; 3 enseignants chercheurs et 1 ingénieur sur contrat (13 mois) pour le LRGP ; 2 enseignants chercheurs et 1 ingénieur sur contrat (18 mois) pour le laboratoire L2n
 - Montant du projet : 1 220 k€ (dont financement Région Lorraine : 400 k€)

- **Projet ESSENTIAL (ElaStic Stationary phase for the developmENT of original filtration / recovery systems of metALlic ions)**
 - Durée : 36 mois (2023-2026)
 - Appel à Projets ANR JCJC
 - Partenaires : IPHC (porteur) et Institut Charles Sadron
 - Co-responsable de la tâche dédiée à la simulation des écoulements dans des mousses
 - Personnels impliqués : 1 enseignant-chercheur, 1 ingénieur et 1 doctorant pour l'IPHC ; 1 enseignant-chercheur et 2 ingénieurs pour l'ICS ; 3 enseignants chercheurs pour le LRGP ;
 - Montant de l'aide : 256 k€

- **Contrats industriels bilatéraux**
 - De l'ordre de 2-3 par an pour un montant moyen de 5-10 k€
 - Liste non exhaustive des partenaires : General Electric, CRITT Techniques Jet Fluide et Usinage de Bar-le-Duc, Markem Imaje, HAFFNER Energy, Camfil, NBC-Sys, CETELOR, Meltblo France ...

Encadrement doctoral

- ***Maria-Cécilia CADAVID RODRIGUEZ (Novembre 2011 – Mars 2015)***
 - Thèse financée et en collaboration avec l'INRS (Institut National de Recherche et de Sécurité)
 - Les laveurs : alternative aux médias fibreux pour le traitement des nanoparticules issues des fumées de métallisation ?
 - Thèse soutenue le 10 mars 2015
 - Nombre de publications : 1 (ACL07)
 - Taux d'encadrement : 50 %
 - Co-encadrant : Pr. THOMAS Dominique (50%), LRGP
 - Devenir : cheffe de projet, Honeywell deaoût 2014 à juillet 2019 ; ingénieure Qualité, Produit, Process, INFIPLAST depuis juillet 2019

- ***Quentin RIBEYRE (Octobre 2011 – Juin 2015)***
 - Bourse MESR en collaboration avec l'IRSN (Institut de Radioprotection et de Sureté Nucléaire)
 - Influence de l'humidité de l'air sur la perte de charge d'un dépôt nanostructuré
 - Thèse soutenue le 9 juin 2015
 - Nombre de publications : 2 (ACL08 & ACL12)
 - Taux d'encadrement : 33%
 - Co-encadrants : Pr. THOMAS Dominique & Pr. VALLIERES Cécile (33%), LRGP
 - Devenir : chef de laboratoire GranuTools de septembre 2017 à mars 2019 ; chef de produits Hydac Technology Corporation d'avril 2019 à avril 2020 ; ingénieur Développement Logiciel Ypso-Facto d'avril 2020 à décembre 2021 ; responsable opérations Perf HSE Bureau Véritas Group depuis décembre 2021

- ***Loïc WINGERT (Octobre 2013 – Mars 2017)***
 - Thèse financée et en collaboration avec l'INRS (Institut National de Recherche et de Sécurité)
 - Performance d'un lit granulaire vis-à-vis d'aérosols ultrafins
 - Thèse soutenue le 1er mars 2017
 - Nombre de publications : 3 (ACL11, ACL13 & ACL16)
 - Taux d'encadrement : 33%
 - Co-encadrants : Pr. THOMAS Dominique & Dr. BARDIN-MONNIER Nathalie (33%), LRGP
 - Devenir : chercheur postdoctoral, ETS (Montréal, Canada) de mars 2017 à septembre 2018 ; professionnel scientifique IRSST (Montréal, Canada) depuis octobre 2018

- ***Guillemette THIEFFRY (Février 2014 – Décembre 2018)***
 - Thèse financée par l'ADEME dans le cadre d'un PIA en collaboration avec ARCELOR MITTAL
 - Performances de filtration d'aérosols solides par un lit granulaire arrosé
 - Thèse soutenue le 19/12/2018
 - Nombre de publications : 1 (ACL14)
 - Taux d'encadrement : 33%
 - Co-encadrants : Pr. THOMAS Dominique & Dr. BARDIN-MONNIER Nathalie (33%), LRGP
 - Devenir : retraite spirituelle en monastère depuis janvier 2019

- ***Nassim KHIROUNI (Octobre 2018 – Décembre 2021)***
 - Thèse financée et en collaboration avec l'INRS (Institut National de Recherche et de Sécurité)
 - Étude de la régénération par jet-pulsé des cartouches filtrantes colmatées par des particules ultrafines métalliques
 - Thèse soutenue le 26/11/2021
 - Nombre de publications : 3 (ACL18, ACL19 & ACL20)
 - Taux d'encadrement : 50%
 - Co-encadrants : Pr. THOMAS Dominique (50%), LRGP
 - Devenir : Post-doctorat au LRGP en collaboration avec Air Liquide depuis mai 2022

- ***Élise CABASET (Novembre 2022 - ...)***
 - Contrat doctoral MESRI
 - Influence de la structure géométrique des médias - Approches numériques et expérimentales
 - Taux d'encadrement : 33%
 - Co-encadrants : Pr. THOMAS Dominique & Dr. BARDIN-MONNIER Nathalie (33%), LRGP

Activité de reviewing

En moyenne de 2 à 3 reviews par an pour des journaux internationaux (Current Nanoscience, Chemical Engineering Science, Journal of Aerosol Science, Powder Technology, Journal of Hazardous Materials, Aerosol and Air Quality Research ...).

Membre de sociétés savantes

SF²P (Société Française de Séparation Fluide-Particule) et ASFERA (Association Française d'Études et de Recherches sur les Aérosols)

Participation à des comités de sélection

Au cours de l'année 2020, j'ai été amené à participer à deux comités de sélection de maitre de conférences avec un profil recherche orienté sur la caractérisation et la filtration des aérosols.

- Campagne 2020 : Maitre de conférences (CNU62) à l'Université Paris-Est Créteil Val de Marne ; Composante IUT Créteil-Vitry / Laboratoire CERTES
- Campagne 2020 : Maitre de conférences (CNU62) à l'Université de Savoie Mont Blanc ; Composante Polytech Annecy-Chambéry / Laboratoire LOCIE

Annexe B : Production scientifique

Type de production	OS	ACL	ACTI	ACTN	AFF	SEM	VUL
Nombre	2	25	34	26	16	2	5

OS : Ouvrages scientifiques ACL : Articles dans des revues internationales avec comité de lecture

ACTI et ACTN : Communications avec actes dans un congrès international et national

AFF : Communications par affiche SEM : Séminaires VUL : Articles de vulgarisation scientifique

OS : Ouvrages scientifiques (ou chapitres de ces ouvrages).

[OS01] Thomas D., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Appert-Collin J-C., *Aerosol Filtration*, 224 pages, 2016, ISTE Press – Elsevier

[OS02] Thomas D., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Appert-Collin J-C., *La filtration des aérosols*, 215 pages, 2017, ISTE Editions

ACL : Articles dans des revues internationales ou nationales avec comité de lecture

[ACL01] **Charvet A.**, Gonthier Y., Bernis A., Gonze E., Filtration of liquid aerosols with a horizontal fibrous filter, *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 86 (6), 569-576, 2008.

[ACL02] Boichot R., **Charvet A.**, Goldin T., Bernis A., Treatment of submicron particles by an electrostatic agglomerator - Experimental study and modelling of re-entrainment in DC negative voltage, *Journal of Electrostatics*, vol. 67, 574-582, 2009.

[ACL03] **Charvet A.**, Gonthier Y., Bernis A., Gonze E., Experimental and modelled efficiencies during the filtration of a liquid aerosol with a fibrous medium, *Chemical Engineering Science*, vol. 65 (5), 1875-1886, 2010.

[ACL04] **Charvet A.**, Rolland du Roscoat S., Peralba M., Bloch J-F., Gonthier Y., Contribution of synchrotron X-ray holotomography to the understanding of liquid distribution in a medium during liquid aerosol filtration, *Chemical Engineering Science*, vol. 66 (4), 624-631, 2011.

[ACL05] **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Can bubble columns be an alternative to fibrous filters for nanoparticles collection?, *Journal of Hazardous Materials*, vol. 195, 432-439, 2011.

[ACL06] Bémer D., Subra I., Morele Y., **Charvet A.**, Thomas D., Experimental study of granular bed filtration of ultrafine particles emitted by a thermal spraying process, *Journal of Aerosol Science*, vol. 63, 25-37, 2013.

[ACL07] Cadavid Rodriguez M.C., **Charvet A.**, Bémer D., Thomas D., Optimization of bubble column performance for nanoparticle collection, *Journal of Hazardous Materials*, vol. 271, 24-32, 2014.

[ACL08] Ribeyre Q., Grevillot G., **Charvet A.**, Vallières C., Thomas D., Modelling of water adsorption – condensation isotherms on beds of nanoparticles, *Chemical Engineering Science*, vol. 113, 1-10, 2014.

[ACL09] **Charvet A.**, Bau S., Paez Coy N.-E., Bémer D., Thomas D., Characterizing the effective density and primary particle diameter of airborne nanoparticles produced by spark discharge using mobility and mass measurements (tandem DMA/APM), *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 16:2418, 2014.

[ACL10] **Charvet A.**, Bau S., Bémer D., Thomas D., On the Importance of Density in ELPI Data Post-Treatment, *Aerosol Science and Technology*, vol. 49, 1263-1270, 2015.

[ACL11] **Charvet A.**, Wingert L., Bardin-Monnier N., Pacault S., Godoy C., Ribeyre Q., Thomas D., Visualization of airborne nanoparticle deposits onto spherical collectors, *Separation and Purification Technology*, vol. 172, 119-129, 2017.

- [ACL12] Ribeyre Q., **Charvet A.**, Vallières C., Thomas D., Impact of relative humidity on a nanostructured filter cake – Experimental and modelling approaches, *Chemical Engineering Science*, vol. 161, 109-116, 2017.
- [ACL13] Wingert L., Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Bémer D., Thomas D., Modeling of the deep granular bed clogging by nanoparticles, *Separation and Purification Technology*, vol. 176, 384-394, 2017.
- [ACL14] Thieffry G., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Trickle bed applied to the post-treatment of blast furnace dust, *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*, vol. 13(1), 2018, e2161
- [ACL15] **Charvet A.**, Pacault S., Bourrous S., Thomas D., Association of fibrous media for aerosol filtration in predominant Brownian diffusion conditions, *Separation and Purification Technology*, vol. 207, 420-426, 2018.
- [ACL16] **Charvet A.**, Wingert L., Bardin-Monnier N., Pacault S., Fournier F., Bémer D., Thomas D., Multi-staged granular beds applied to the filtration of ultrafine particles: an optimization of collector diameters, *Powder Technology*, vol. 342, 341-347, 2019.
- [ACL17] Thomas D., Pacault S., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Appert-Collin J.-C., Composite fibrous filters for nano-aerosol filtration: Pressure drop and efficiency Model, *Separation and Purification Technology*, vol. 215, 557-564, 2019.
- [ACL18] Khirouni N., **Charvet A.**, Thomas D., Filtration of airborne particles by a trickle granular bed: A modelling approach, *Environmental Technology*, vol. 40, 3387-3395, 2020
- [ACL19] Khirouni N., **Charvet A.**, Thomas D., Bémer D., Regeneration of dust filters challenged with metallic nanoparticles: influence of atmospheric aging, *Process Safety and Environmental Protection*, vol. 138, 1-8, 2020
- [ACL20] Khirouni N., **Charvet A.**, Drisket C., Ginestet A., Thomas D., Bémer D., Precoating for improving the cleaning of filter media clogged with metallic nanoparticles, *Process Safety and Environmental Protection*, vol. 147, 311–319, 2021
- [ACL21] Bourrous S., Barrault M., Mocho V., Poirier S., Ouf F.X., Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Thomas D., Bescond, A., Fouqueau A., Mace T., Gaie-Levrel F., A performance evaluation and inter-laboratory comparison of community face coverings media in the context of COVID-19 pandemic, *Aerosol and Air Quality Research*, 21, 200615, 2021
- [ACL22] Alcaraz J.-P., Le Coq L., Pourchez J., Thomas D., Chazelet S., Boudry I., Barbado M., Silvent S., Dessale C., Antoine F., Guimier-Pingault C., Cortella L., Rouif S., Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Dufaud O., Leclerc L., Montigaud Y., Laurent C., Verhoeven P., Joubert A., Bouhanguel A., Andres Y., Gaffé J., Martin D.K., Huet C., Boisset S., Maurin M., Rumeau P., Charlot F., Richaud E., Moreau-Gaudry A., Bonneterre V., Cinquin P., Landelle C., Reuse of medical face masks in domestic and community settings without sacrificing safety: Ecological and economical lessons from the Covid-19 pandemic, *Chemosphere*, 288, 132364, 2022
- [ACL23] **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Dufaud O., Thomas D., Pfrimmer M., Barrault M., Bourrous S., Mocho V., Ouf F.X., Poirier S., Jeanmichel L., Segovia C., Ferry D., Grauby O., Impact of washing cycles on the performances of face masks, *Journal of Aerosol Science* 160, 105914, 2022
- [ACL24] Thomas D., Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Effect of the fibre diameter polydispersity on the permeability of nonwoven filter media, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 4138-4150, 2023
- [ACL25] Fouqueau A., Pourchez J., Leclerc L., Peyron A., Montigaud Y., Verhoeven P., Macé T., Bescond A., Thomas D., **Charvet A.**, Ghijssels M., Hars P., Polyn F., Gaie-Levrel F., Inter-laboratory Comparison between Particle and Bacterial Filtration Efficiencies of Medical Face Masks in the COVID-19 Context. *Aerosol and Air Quality Research* 23, 220252, 2023

ACTI : Communications avec actes dans un congrès international

- [ACTI01] **Charvet A.**, Gonthier Y., Bernis A., Gonze E., Filtration of liquid aerosols with a horizontal fibrous filter, 10th World Filtration Congress, Leipzig (Germany), 14-18 April 2008 - Proceedings Volume III, pages 87-91 (+ CD Rom)
- [ACTI02] Peralba M., **Charvet A.**, Dumont P., Rolland du Roscoat S., Bloch J-F., Mangin P., Multiresolution Synchrotron X-ray microtomography applied to filtration studies, Progress in Paper Physics Seminar, Montréal (Canada), 7-10 June 2010.
- [ACTI03] **Charvet A.**, Rolland du Roscoat S., Peralba M., Bloch J-F., Gonthier Y., Determination of the liquid aerosol distribution in a porous filter by synchrotron X-ray holotomography, European Conference on Fluid Particle Separation, Lyon (France), 5-7 October 2010.
- [ACTI04] Peralba M., **Charvet A.**, Rolland du Roscoat S., Dumont P., Bloch J-F., Mangin P., Determination of collected particle repartition in filter using X-ray microtomography coupled with a multiresolution method, European Conference on Fluid Particle Separation, Lyon (France), 5-7 October 2010.
- [ACTI05] **Charvet A.**, Thomas D., Bardin-Monnier N., Bémer D., Can bubble columns be an alternative to fibrous filters for nanoparticles collection?, 11th World Filtration Congress, Graz (Austria), 16-20 April 2012.
- [ACTI06] Cadavid-Rodriguez M.-C., **Charvet A.**, Bémer D., Thomas D., Intensification of nanoparticles collection efficiency in a bubble column, FILTECH 2013, Wiesbaden (Germany), 22-24 October 2013.
- [ACTI07] Cadavid-Rodriguez M.C., **Charvet A.**, Bémer D., Thomas D., Les colonnes à bulles: une alternative aux medias fibreux vis à vis des nanoparticules?, IX^{ème} Congrès Francophone de Génie des Procédés, Agadir (Maroc), 28-30 Avril 2014.
- [ACTI08] Cadavid-Rodriguez M.C., **Charvet A.**, Bémer D., Thomas D., Nanoparticle collection by a bubble column, European Conference on Fluid-Particle Separation, Lyon (France), 15-17 October 2014.
- [ACTI09] **Charvet A.**, Bau S., Bémer D., Thomas D., Determining key characteristics of airborne nanoparticles produced by thermal metal spraying, European Conference on Fluid-Particle Separation, Lyon (France), 15-17 October 2014.
- [ACTI10] Dufaud O., **Charvet A.**, Mougel G., Luthun S., Molière M., Brunello D., Perrin L., Delimoges S., Couchot M., Generation, characterization and ignition of lube oil mists generated in degraded operations mode (Paper N° GT2015-43524, pp. V04BT04A039; 8 pages), ASME Turbo Expo 2015: Turbine Technical Conference and Exposition Volume 4B: Combustion, Fuels and Emissions, Montreal (Quebec, Canada), 15–19 June 2015 (Conference Sponsors: International Gas Turbine Institute, ISBN: 978-0-7918-5669-7, Copyright © 2015 by ASME)
- [ACTI11] **Charvet A.**, Bau S., Bémer D., Thomas D., On the importance of particle density in ELPI data post-treatment, Aerosol Technology 2015, Tampere (Finland), 15-17 June 2015.
- [ACTI12] Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Thomas D., Numerical prediction of single fibre efficiency for nanoparticles filtration, Aerosol Technology 2015, Tampere (Finland), 15-17 June 2015.
- [ACTI13] Wingert L., Bémer D., Pacault S., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Optimization of ultrafine particles filtration in granular beds, Aerosol Technology 2015, Tampere (Finland), 15-17 June 2015.
- [ACTI14] Wingert L., Bémer D., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Improvement of granular bed filtration performances, 12th World Filtration Congress, Taipei (Taiwan), 11-15 April 2016.
- [ACTI15] Wingert L., Bémer D., Pacault S., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Optimization of ultrafine particles filtration in granular beds, 12th World Filtration Congress, Taipei (Taiwan), 11-15 April 2016.
- [ACTI16] Ribeyre Q., **Charvet A.**, Vallières C., Thomas D., Modelling the pressure drop of nanostructured deposit under the influence of moisture, 12th World Filtration Congress, Taipei (Taiwan), 11-15 April 2016.
- [ACTI17] Thieffry G., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Treatment of blast furnaces dust by means of a wet granular bed filter, 12th World Filtration Congress, Taipei (Taiwan), 11-15 April 2016.
- [ACTI18] Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Thomas D., Numerical study of single fibre efficiency for nanoparticles filtration, 12th World Filtration Congress, Taipei (Taiwan), 11-15 April 2016.

Annexe B : Production scientifique

- [ACTI19] Wingert L., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Bémer D., Thomas D., Modeling of the deep granular bed filtration of nanoparticles, 22th European Aerosol Conference, Tours (France), 4-9 September 2016.
- [ACTI20] Thieffry G., Thomas D., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Etude d'un lit granulaire arrosé pour le traitement de fumées, FrancoFilt2017, Bordeaux (France), 29-31 Août 2017.
- [ACTI21] **Charvet A.**, Wingert L., Bardin-Monnier N., Pacault S., Bémer D., Thomas D., Séparation de particules ultrafines par lits granulaires, FrancoFilt2017, Bordeaux (France), 29-31 Août 2017.
- [ACTI22] **Charvet A.**, Bourrous S., Pacault S., D., Thomas D., Association de médias fibreux pour la filtration de nanoparticules, FrancoFilt2017, Bordeaux (France), 29-31 Août 2017.
- [ACTI23] **Charvet A.**, Bourrous S., Pacault S., D., Thomas D., Series association of fibrous filters for nano-aerosol filtration, Aerosol Technology 2018, Bilbao (Spain), 18-20 June 2018.
- [ACTI24] Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Thomas D., Numerical experimentations to determine single fibre efficiency, Aerosol Technology 2018, Bilbao (Spain), 18-20 June 2018.
- [ACTI25] Sebestikova K., **Charvet A.**, Thomas D., Granular bed filtration for the determination of particle size distribution, European Conference on Fluid-Particle Separation, Lyon (France), 15-17 October 2018.
- [ACTI26] Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Thomas D., Numerical studies to quantify the influence of the fiber size distribution on the permeability of fibrous media, European Conference on Fluid-Particle Separation, Lyon (France), 15-17 October 2018.
- [ACTI27] Khirouni N., **Charvet A.**, Thomas D., Filtration of airborne nanoparticles by a trickle granular bed, European Conference on Fluid-Particle Separation, Lyon (France), 15-17 October 2018.
- [ACTI28] Khirouni N., **Charvet A.**, Thomas D., Bémer D., Investigating the cleaning efficiency of filters clogged with metallic nanoparticles, FILTECH 2019, Koln (Germany), 22-24 October 2019.
- [ACTI29] **Charvet A.**, Pacault S., Thomas D., Associating filters by series for optimizing the retention capacity of nanoparticles, FILTECH 2019, Koln (Germany), 22-24 October 2019.
- [ACTI30] Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Thomas D., Influence of fiber size distribution on the permeability of fibrous filters, FILTECH 2019, Koln (Germany), 22-24 October 2019.
- [ACTI31] Khirouni N., **Charvet A.**, Thomas D., Bémer D., Precoating for improving the regeneration of filters used for metallic nanoparticles removal, 13th World Filtration Congress, San Diego (United States), 5-9 October 2022.
- [ACTI32] **Charvet A.**, Pacault S., Thomas D., Nanoparticle filtration: Optimizing retention capacity by filter associations, 13th World Filtration Congress, San Diego (United States), 5-9 October 2022.
- [ACTI33] Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Thomas D., Permeability Modeling of Non Woven Media with Fiber Size Distribution, 13th World Filtration Congress, San Diego (United States), 5-9 October 2022.
- [ACTI34] Rathore A.S., Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, How to quantify the influence of solid volume fraction heterogeneities on fibrous filter efficiency and permeability by computational simulations, FILTECH 2023, Koln (Germany), 14-16 February 2023.

ACTN : Communications avec actes dans un congrès national

- [ACTN01] **Charvet A.**, Bernis A., Boichot R., Caractérisation physique d'un agglomérateur électrostatique de particules à température ambiante, 21^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2005 - Paris, 14-15 Décembre 2005 - pages 40-46.
- [ACTN02] **Charvet A.**, Gonthier Y., Bernis A., Gonze E., Filtration d'aérosols liquides par un filtre à fibres horizontal, 1^{ères} Journées "Filtration des Aérosols" - Nancy, 7-8 Juin 2007 (CD Rom).
- [ACTN03] **Charvet A.**, Gonthier Y., Bernis A., Gonze E., Filtration d'aérosols liquides par un filtre à fibres horizontal, XI^{ème} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés - Saint-Étienne, 9-11 Octobre 2007 (CD Rom).
- [ACTN04] **Charvet A.**, Gonthier Y., Bernis A., Gonze E., Filtration d'aérosols liquides par un filtre à fibres horizontal, 23^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2007 - Paris, 16-17 Janvier 2008 (CD Rom).

Annexe B : Production scientifique

[ACTN05] **Charvet A.**, Gonthier Y., Bernis A., Gonze E., Efficacité de filtration d'un aérosol liquide par un filtre à fibres : Approches expérimentale et numérique, Colloque Non Pollution Dépollution et Génie des Procédés au service de l'air et des déchets - Nantes, 3 Mars 2009.

[ACTN06] **Charvet A.**, Gonthier Y., Gonze E., Bernis A., Etude expérimentale et modélisation de l'efficacité de filtration d'un aérosol liquide par un filtre à fibres horizontal, XII^{ème} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés - Marseille, 14-16 Octobre 2009 (CD Rom).

[ACTN07] **Charvet A.**, Rolland du Roscoat S., Peralba M., Bloch J-F., Gonthier Y., Caractérisation de la distribution tridimensionnelle d'un aérosol liquide dans un médium fibreux par holotomographie au rayonnement synchrotron, 10^{èmes} Journées d'Etude sur les Milieux Poreux - Nancy, France, 20-21 Octobre 2010.

[ACTN08] Gripari F., Mouret G., Appert-Collin J-C., **Charvet A.**, Bemer D., Chazelet S., Thomas D., Colmatage de médias fibreux par un aérosol nanométrique, 10^{èmes} Journées d'Etude sur les Milieux Poreux - Nancy, France, 20-21 Octobre 2010.

[ACTN09] Thomas D., Ouf F-X., Gensdarmes F., **Charvet A.**, Monnier N., Appert-Collin J-C., Perte de charge d'un dépôt de particules nanostructurées : Application aux aérosols d'incendie, 2^{èmes} Journées francophones SF²P : Séparation Gaz/Particules, du laboratoire aux applications industrielles - Nancy, France, 15-16 Juin 2011.

[ACTN10] **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Bémer D., Utilisation d'une colonne à bulles comme alternative aux médias fibreux pour le traitement des nanoparticules issues des fumées de métallisation, 2^{èmes} Journées francophones SF²P : Séparation Gaz/Particules, du laboratoire aux applications industrielles - Nancy, France, 15-16 Juin 2011.

[ACTN11] Bémer D., Subra I., Cadavid M-C, Masson A., Chazelet S., **Charvet A.**, Mesure de la charge électrique des aérosols – influence sur l'échantillonnage des aérosols et sur la mesure de l'efficacité de filtration, 27^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2012 - Paris, 25-26 Janvier 2012.

[ACTN12] Cadavid-Rodriguez M.-C., **Charvet A.**, Bémer D., Thomas D., Collecte des particules ultrafines à l'aide d'une colonne à bulles, 28^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2013 - Paris, 23-24 Janvier 2013.

[ACTN13] **Charvet A.**, Bau S., Paez Coy N.-E., Bémer D., Thomas D., Caractérisation physique d'aérosols nanostructurés, XIV^{ème} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés - Lyon, 8-10 Octobre 2013 (CD Rom).

[ACTN14] Cadavid-Rodriguez M.-C., **Charvet A.**, Bémer D., Thomas D., Une solution alternative aux médias fibreux pour la collecte de nanoparticules, XIV^{ème} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés - Lyon, 8-10 Octobre 2013 (CD Rom).

[ACTN15] Bémer D., Morele Y., Drescher C., **Charvet A.**, Thomas D., Filtration d'un aérosol concentré de particules ultrafines métalliques par lit granulaire, 29^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2014 - Paris, 22-23 Janvier 2014.

[ACTN16] **Charvet A.**, Bau S., Paez Coy N.-E., Bémer D., Thomas D., Caractérisation de particules nanostructurées générées par décharge capacitive, 29^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2014 - Paris, 22-23 Janvier 2014.

[ACTN17] Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Paez Coy N.-E., Thomas D., Étude expérimentale et numérique de l'hydrodynamique de nanoparticules au sein d'un dispositif de type APM (Aerosol Particle Mass Analyzer), 29^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2014 - Paris, 22-23 Janvier 2014.

[ACTN18] Ribeyre Q., **Charvet A.**, Vallières C., Thomas D., Influence de l'humidité de l'air sur la perte de charge d'un dépôt de particules ultrafines ou nanostructurées, Colloque STPMF 2015 – Nancy, 8-10 Avril 2015.

[ACTN19] Thieffry G., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Lit granulaire arrosé appliqué au post-traitement des fumées de hauts fourneaux, XVI^{ème} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés - Nancy, 11-13 Juillet 2017.

Annexe B : Production scientifique

[ACTN20] Thomas D., Pacault S., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Appert-Collin J.-C., Modélisation de l'évolution des performances de médias fibreux au cours de leur colmatage par des particules nanostructurées, 32^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2019 - Paris, 22-23 Janvier 2019.

[ACTN21] Khirouni N., **Charvet A.**, Thomas D., Bémer D., Performances des médias pour la filtration des nanoparticules métalliques, 33^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2020 - Paris, 28-29 Janvier 2020.

[ACTN22] Thomas D., Appert-Collin J.-C., Bardin-Monnier N., Bernard N., **Charvet A.**, Dufaud O., Huin F., Lebrun M., Dessale C., Antoine F., Influence du lavage sur les performances des masques à usage médical, 34^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2020 - Paris, 26-28 Janvier 2021.

[ACTN23] Khirouni N., **Charvet A.**, Thomas D., Bémer D., Application de la technique de précoating pour améliorer la régénération des filtres soumis aux nanoparticules métalliques, 34^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2020 - Paris, 26-28 Janvier 2021.

[ACTN24] Bourrous S., Ouf F.-X., Thomas D., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Appert-Collin J.-C., Fouquereau A., Bescond A., Gaie-Levrel F., Caractérisation des performances des masques barrière a usage non sanitaire : intercomparaison des protocoles et premiers enseignements, 34^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2020 - Paris, 26-28 Janvier 2021.

[ACTN25] Thomas D., Bardin-Monnier **Charvet A.**, Incidence de la distribution granulométrique des fibres sur la perméabilité des médias fibreux, 36^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2023 - Paris, 15-16 Mars 2023

[ACTN26] Rathore A.S., Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Quantification numérique de l'impact d'hétérogénéités locales sur les performances de médias fibreux, 36^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2023 - Paris, 15-16 Mars 2023.

AFF : Communications par affiche dans un congrès international ou national

[AFF01] **Charvet A.**, Boichot R., Bernis A., Caractérisation physique d'un agglomérateur électrostatique de particules à cathode poreuse à température ambiante, Journée du Comité pour le Développement du Génie des Procédés Rhône-Alpes (CODEGEPPRA) « Apport du génie des procédés dans les nouvelles énergies » - Le Bourget-du-Lac, 10 Juillet 2006.

[AFF02] **Charvet A.**, Gonthier Y., Gonze E., Bernis A., Filtration d'aérosols liquides par un filtre à fibres, 10^{èmes} Journées Cathala-Letort de prospective scientifique et technique « Le Génie des Procédés au service de l'Environnement - Enjeux et défis » - SFGP - Toulouse, 1-2 Octobre 2008.

[AFF03] **Charvet A.**, Vila S., Bernis A., Etude de la génération de nanoparticules par éclatement de bulles, 24^{ème} Congrès Français sur les Aérosols CFA 2009 - Paris, 14-15 Janvier 2009.

[AFF04] **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Bémer D., Utilisation d'une colonne a bulles comme alternative aux medias fibreux pour le traitement des nanoparticules issues des fumées de métallisation, XIII^{ème} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés - Lille, 29 Novembre au 1^{er} Décembre 2011 (CD Rom).

[AFF05] Bau S., **Charvet A.**, Bémer D., Thomas D., Determining effective density of nanostructured particle by tandem electrical mobility and mass measurement (tandem DMA/APM): application to thermal spraying fumes, European Aerosol Conference, Prague (Czech Republic), 1-6 September 2013.

[AFF06] Bémer D., **Charvet A.**, Thomas D., Filtration of an ultrafine aerosol produced by thermal spraying using a granular bed, European Aerosol Conference, Prague (Czech Republic), 1-6 September 2013.

[AFF07] Ribeyre Q., **Charvet A.**, Vallières C., Thomas D., Grevillot G., Influence de l'humidité relative de l'air sur les performances des filtres à particules vis-à-vis d'aérosols nanostructurés, XIV^{ème} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés - Lyon, 8-10 Octobre 2013 (CD Rom).

[AFF08] **Charvet A.**, Bau S., Paez Coy N.-E., Bémer D., Thomas D., Characterization of nanoparticles produced by spark discharge, Conference on Aerosol Technology 2014, Karlsruhe (Germany), 16-18 June 2014.

Annexe B : Production scientifique

[AFF09] Bémer D., Morele Y., **Charvet A.**, Thomas D., Filtration of ultrafine metallic particles produced by thermal spraying processes, European Conference on Fluid-Particle Separation, Lyon (France), 15-17 October 2014.

[AFF10] Wingert L., Bémer D., Pacault S., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Optimisation de la filtration des particules ultrafines métalliques par lit granulaire, Conférence INRS 2015 "Le Risque Chimique : Méthodes et techniques innovantes, Nancy (France), 8-10 Avril 2015.

[AFF11] Ribeyre Q., **Charvet A.**, Vallières C., Thomas D., Effect of humidity on the pressure drop of nanostructured deposit, Aerosol Technology 2015, Tampere (Finland), 15-17 June 2015.

[AFF12] Ribeyre Q., **Charvet A.**, Vallières C., Thomas D., Pressure drop of nanostructured filtration cake under moisture conditions: an experimental and theoretical approach, 10th European Congress of Chemical Engineering, Nice (France), 27 September -1 October 2015.

[AFF13] Thieffry G., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Trickle bed applied to the treatment of blast furnace dust, 22th European Aerosol Conference, Tours (France), 4-9 September 2016.

[AFF14] Wingert L., **Charvet A.**, Pacault S., Godoy C., Ribeyre Q., Bardin-Monnier N., Thomas D., Visualization of nanoparticles deposits onto spherical collectors, 22th European Aerosol Conference, Tours (France), 4-9 September 2016.

[AFF15] Thomas D., Pacault S., **Charvet A.**, Pressure drop and efficiency model for filters performance evolution during loading by nano-aerosols, European Conference on Fluid-Particle Separation, Lyon (France), 15-17 October 2018.

[AFF16] Douguet O., Tschamber V., Gautier K., Leysens G. Mathieu D., Bueno M.A., Brilhac J.F., **Charvet A.**, Thomas D., Bardin-Monnier N., Pfrimmer M., Vibert-Clément C., Segovia C., Jeanmichel L., Relationship between protection requirements and textile structure and material, Journées d'Etudes des Milieux Poreux, Strasbourg (France), 26-27 October 2021.

SEM : Séminaires

[SEM01] **Charvet A.**, Influence du lavage sur les performances des masques chirurgicaux et FFP2, Webinaire de la Société Française des Séparations Fluides Particules (SF2P) « COVID19 : du masque barrière au FFP2, point sur les connaissances », 1^{er} avril 2021.

[SEM02] **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Dufaud O., Pfrimmer M., Thomas D., Masque et COVID-19 : Performances des masques en termes de respirabilité et d'efficacité, « COVID19 : Journée d'étude et de partage de l'université de Lorraine », 2 novembre 2021.

VUL : Articles de vulgarisation

[VUL01] Thomas D., **Charvet A.**, Bémer D., Chazelet S., Filtration des nanoparticules, Techniques de l'Ingénieur (Réf. J3402V1), octobre 2019

[VUL02] **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Thomas D., Laver nos masques chirurgicaux, c'est possible, The Conversation, 17 novembre 2020

[VUL03] Thomas D., **Charvet A.**, Bardin-Monnier N., Covid-19 : pourquoi il est important de privilégier les masques chirurgicaux, The Conversation, 15 avril 2021

[VUL04] **Charvet A.**, Interview par Radio Classique sur le lavage des masques (Journal de 7h30 du 19/10/21)

[VUL05] Bardin-Monnier N., **Charvet A.**, Thomas D., Interview par Nathan GALLO du service fact-checking de l'AFP : « Les mailles des masques chirurgicaux trop larges pour stopper le Covid-19 : attention au retour de ces affirmations trompeuses », 9 décembre 2022