INTERCOMPARAISON EN LABORATOIRE DE 6 SPECTROMETRES AERODYNAMIQUES (APS, TSI 3320 ET 3321) EN TERMES DE MESURE DE TAILLE

A. Boivin*[1], S. Bau[1] et O. Witschger[1]

[1]Laboratoire de Métrologie des Aérosols, Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS), 54519 Vandoeuvre Les Nancy, France
*Courriel de l'orateur : alexis.boivin@inrs.fr

TITLE

Laboratory intercomparison of 6 aerodynamic spectrometers (APS, TSI 3320 and 3321) in terms of size measurement

ABSTRACT

This study aims at carrying out an intercomparison of several specimens of aerodynamic spectrometers (Aerodynamic Particle Sizer, TSI models 3320 & 3321), which allow measuring the size distribution of aerosols in the range from 0.5 to 20 µm. For this purpose, a protocol based on the generation of calibrated PSL between 0.7 and 15 µm was developed, and applied to 6 devices. The results show discrepancies between the measurements, highlighting the need for qualifying inter-specimen variability.

RESUME

Ce travail vise à réaliser une intercomparaison de plusieurs spécimens de spectromètres aérodynamiques (Aerodynamic Particle Sizer, TSI modèles 3320 et 3321), qui permettent la mesure de la distribution granulométrique des aérosols entre 0,5 et 20 µm. A cette fin, un protocole reposant sur la génération d'aérosols de sphères de latex calibrées entre 0,7 et 15 µm a été développé, et mis en œuvre sur 6 instruments. Les résultats mettent en évidence des écarts sur les mesures effectuées et soulignent la nécessité de quantifier la variabilité inter-spécimens.

KEYWORDS: APS, sizing accuracy, variability / **MOTS-CLÉS :** APS, précision en taille, variabilité.

1. INTRODUCTION

Cette étude s'inscrit dans le contexte général de l'acquisition d'une expertise sur les performances de l'instrumentation en temps réel pour la mesure des aérosols au sein du laboratoire. Dans l'air des lieux de travail, ces derniers couvrent une gamme de taille très large, qui s'étend de quelques nanomètres à quelques micromètres (Bau et al., 2015). Il apparait donc que seul un couplage de techniques de mesures complémentaires reposant sur différents principes physiques offre la possibilité de couvrir ces trois ordres de grandeur.

Ce travail a porté sur les spectromètres aérodynamiques (Aerodynamic Particle Sizer, TSI modèles 3320 et 3321), qui sont des appareils permettant la détermination de la distribution granulométrique des aérosols entre 0,5 et 20 µm par la mesure du temps de vol des particules individuelles dans un écoulement en accélération (TSI, 2013). Des études ont été menées en laboratoire concernant l'efficacité de mesure des APS modèles 3320 (Amendariz & Leith, 2002) et 3321 (Peters & Leith, 2003; Volckens & Peters, 2005). Plus récemment, une étude d'intercomparaison de 15 APS sur des aérosols calibrés entre 0,9 et 3 µm a été publiée (Pfeifer et al., 2016). Les résultats montrent que la précision en termes de mesure de taille ne semble pas problématique pour des particules ne subissant pas de déformation (écarts de l'ordre de ± 10% sur la mesure du diamètre des particules), tandis que la précision sur le comptage pose question. En effet, ces travaux indiquent que la variabilité inter-spécimens sur la mesure de la concentration en nombre peut atteindre 60%.

Ces dix dernières années, l'utilisation de techniques de mesure de la distribution granulométrique des aérosols s'est développée notamment dans le contexte de santé au travail et environnement pour différentes applications : caractérisation des émissions, des expositions, performances des équipements de protection, etc. L'emploi de techniques telles que l'APS s'est démocratisé. Dans ce contexte, les objectifs de ces travaux étaient (1) de mettre au point un protocole de vérification des APS sur la gamme 0,7 – 15 µm basé sur la production d'aérosols de référence en termes de distribution granulométrique et de concentration en nombre, et (2) de mettre en œuvre ce protocole sur une série de 6 appareils.

2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

Une série de 6 appareils a fait l'objet de l'étude, dont les caractéristiques sont fournies dans le Tableau 1.

DOI : 10.25576/ASFERA-CFA2018-12560

Tableau 1. Caractéristiques des APS utilisés dans l'étude

	APS #1	APS #2	APS #3	APS #4	APS #5	APS #6
Modèle	3321	3321	3321	3320	3320	3321
Date d'acquisition	2008	2010	2013	1999	2000	2011
Date du dernier ajustage	08/2010	/	/	09/2011	12/2012	07/2017

2.1. Vérification des débits et du zéro

Avant toute utilisation de l'appareil, les différents débits de fonctionnement — le débit total (5 $L.min^{-1}$), le débit d'aérosol (1 $L.min^{-1}$) et le débit d'air d'entraînement (4 $L.min^{-1}$), cf. Figure 1 — ont été vérifiés au moyen d'un débitmètre massique calibré (Gilibrator DG2 10, Cellules CGH05/CGS10, gamme de débit de 0,02 à 30 $L.min^{-1}$). A cette fin, une fiche de vérification a été élaborée au laboratoire.

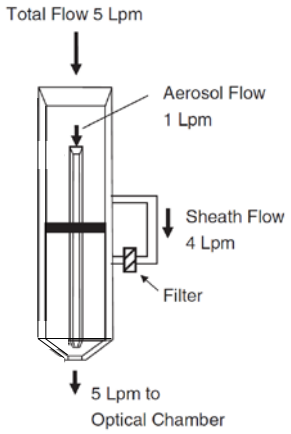

Figure 1 : Schéma représentant les différents débits opératoires de l'APS (Volckens & Peters, 2005)

Par ailleurs, la vérification du zéro est réalisée en appliquant directement sur l'air ambiant un filtre HEPA (PALL, PN12144) en entrée de l'APS et en intégrant le nombre de particules mesurées sur une durée de 300 secondes (événements 1 et 2 de l'appareil).

2.2. Vérification en taille

Le dispositif expérimental mis en œuvre pour la vérification en taille des APS est illustré sur la Figure 1. Il s'inspire directement du protocole proposé par TSI (2003) et repose sur la production d'aérosols en voie sèche à l'aide du générateur SSPD (Small Scale Powder Disperser, TSI 3433). Afin de réduire les pertes liées au transport des particules, notamment du fait de la sédimentation, l'APS est positionné directement sur la sortie du SSPD, et à l'envers tel que le préconise le manuel d'utilisation du SSPD. A noter que les deux appareils sont connectés grâce à une pièce spécialement conçue à l'INRS.

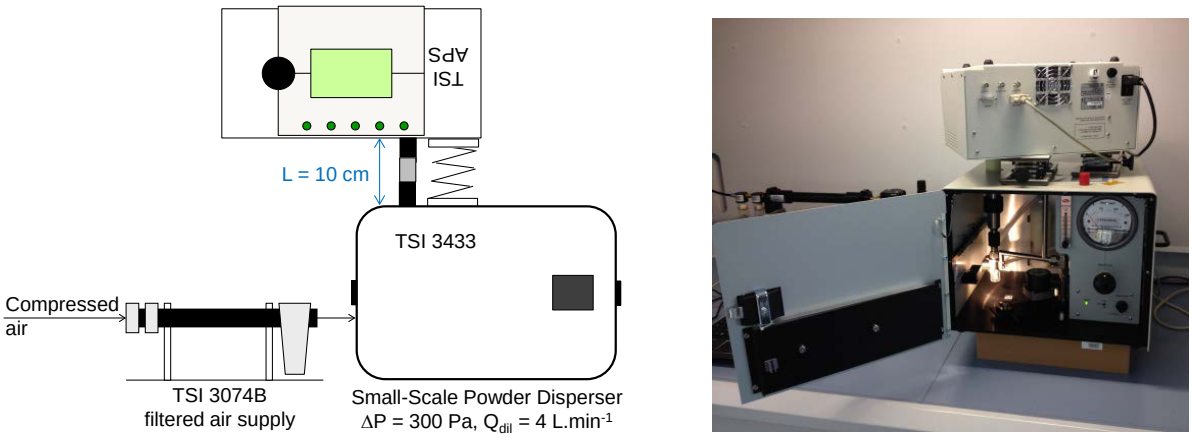

Figure 2 : Schéma et photo du dispositif expérimental pour la mesure de la taille des particules de référence

DOI : 10.25576/ASFERA-CFA2018-12560

La vérification en taille des différents APS est ainsi réalisée par aérosolisation de poudres de particules certifiées. Nous avons choisi dans ce travail d'utiliser des particules de PSL certifiées (Duke Standards) couvrant une gamme de 0,7 à 15 µm. Dans la majorité des cas (cf. Tableau 2), ces particules sont fournies sous forme de suspensions liquides. En vue d'obtenir une poudre sèche de PSL certifiés, 2 à 10 mL de suspension liquide ont été incorporés dans environ 20 mL d'eau ultrapure (MilliQ). La suspension obtenue a ensuite été filtrée au moyen d'une seringue équipée d'un support filtrant (Millipore) contenant un filtre Nuclépore de 25 mm de diamètre (diamètre des pores 0,8 µm) ainsi qu'un PAD permettant d'assurer la tenue mécanique du filtre. Une étape de rinçage par filtration de 20 mL supplémentaires d'eau ultrapure a été réalisée avant de placer le filtre dans une étuve à 55°C pendant 4 heures.

Tableau 2. Caractéristiques des différents PSL utilisés dans l'étude

Forme	Taille nominale (µm)	N° de lot	Date d'expiration	Taille certifiée (µm)
Suspension liquide	0,7	43242	mai-17	0,707 ± 0,009
	1	178291	déc-19	1,030 ± 0,011
	2	172292	août-19	2,020 ± 0,015
	5	43188	avr-17	4,993 ± 0,040
	10	179270	janv-20	10,03 ± 0,09
	15	176547	oct-19	14,97 ± 0,10
Poudre	5	45216	oct-18	5,3 ± 0,3
	7	171984	juil-19	6,9 ± 0,4

La Figure 2 présente les distributions granulométriques des aérosols de PSL calibrés de 0,7, 2 et 10 µm.

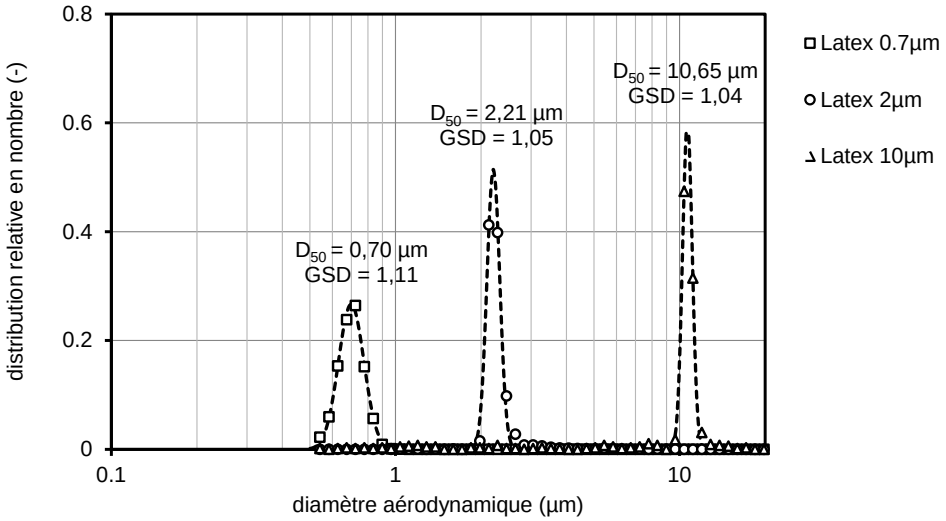

Figure 3 : Distributions granulométriques des aérosols d'essais obtenues à l'aide de l'APS #6

La Figure 2 met en évidence que les aérosols d'essais produits sont bien monodispersés (GSD inférieurs à 1,15). Pour une taille de particule donnée, chacune des mesures de distribution (d'une durée de 20 s) s'est vue appliquer un ajustement lognormal de manière à déterminer avec précision le diamètre modal de la distribution. Le diamètre modal aérodynamique moyen mesuré par chacun des APS a été déterminé sur un minimum de 6 mesures, puis comparé au diamètre aérodynamique de référence, calculé à partir du diamètre équivalent en volume certifié (ρ = 1,05 g.cm^{-3} et prise en compte le facteur de correction de Cunningham).

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

Les résultats obtenus pour les 6 APS étudiés concernant les débits et la mesure du zéro sont rassemblés dans le Tableau 3. Le Tableau 3 indique que tous les débits mesurés sur les différents appareils se trouvent dans une gamme de biais de ± 10% par rapport aux valeurs nominales. Concernant la vérification du zéro, seul l'APS #4 reporte une concentration largement supérieure à 10^{-3} #/cm^{3}.
Les écarts relatifs entre les diamètres aérodynamiques mesurés par les différents APS et les diamètres de référence sont présentés sur la Figure 3. Dans un souci de lisibilité, seules les données correspondant à l'APS #6 sont représentées avec leur incertitude élargie (k = 2).

DOI : 10.25576/ASFERA-CFA2018-12560

Tableau 3. Débits moyens et concentrations mesurés pour les APS utilisés dans l'étude

	APS #1	APS #2	APS #3	APS #4	APS #5	APS #6
Débit total ($L.min^{-1}$)	5,109	4,809	5,036	4,984	4,837	4,909
Débit d'aérosol ($L.min^{-1}$)	0,915	0,916	1,105	1,077	0,910	0,988
Débit d'entraînement ($L.min^{-1}$)	4,200	3,896	3,969	3,928	3,962	3,929
Concentration air HEPA ($\#/cm^3$)	0	$4\ 10^{-4}$	0	$9\ 10^{-2}$	0	$8\ 10^{-5}$

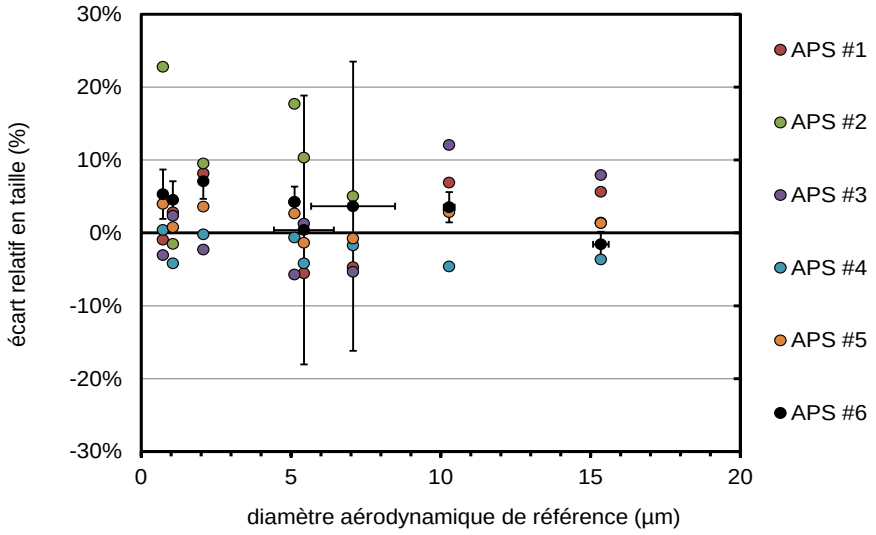

Figure 4 : Ecarts relatifs en taille mesurés pour les 6 APS étudiés

La Figure 3 montre des écarts relatifs en taille jusqu'à 20%, en particulier pour l'APS #2. L'APS #6, fraîchement calibré, présente quant à lui des écarts relatifs sur la taille des particules inférieurs à 8% sur l'ensemble de la gamme couverte. En revanche, nous n'avons pas pu établir de lien entre la date du dernier ajustage et les valeurs des écarts relatifs en taille.

4. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette étude visait à réaliser une intercomparaison de 6 spécimens de spectromètres aérodynamiques (APS, TSI). Pour ce faire, un protocole permettant la vérification des APS basé sur la génération d'aérosols de PSL calibrés entre 0,7 et 15 µm a été développé. Il permet de procéder à la vérification d'un appareil, de manière périodique ou en préalable à une campagne de mesure, et de quantifier son éventuelle dérive au cours du temps. Les résultats mettent en évidence l'importance de quantifier la variabilité inter-spécimens. Sur la base des données expérimentales, la question de la définition d'un critère de conformité reste à proposer. De plus, ce travail se poursuit sur le volet efficacité de comptage.

Les auteurs remercient D. Bémer, B. Sutter et FX. Keller de l'INRS, ainsi que F. Gaie-Levrel du Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) pour le prêt de leur APS dans le cadre de ces travaux.

Amendariz, A.J., & Leith, D. (2002). Concentration measurement and counting efficiency for the aerodynamic particle sizer 3320. *Journal of Aerosol Science,* **33**, 133-148.

Bau, S., Witschger, O., Galland, B., & Martin, P. (2015). Métrologie en temps réel de substances chimiques au poste de travail: intérêts et limites. *Hygiène et Sécurité du Travail,* **239**, 6-10.

Peters, T., & Leith, D. (2003). Concentration measurement and counting efficiency of the aerodynamic particle sizer 3321. *Journal of Aerosol Science,* **34**, 627-634.

Pfeifer, S., Müller, T., Weihold, K., Zikova, N., Martins dos Santos, S., Marinoni, A., Bischof, O., Kykal, C., Ries, L., Meinhardt, F., Aalto, P., Mihalopoulos, N., & Wiedensohler, A. (2016). Intercomparison of 15 aerodynamic particle size spectrometers (APS 3321): uncertainties in particle sizing and number size distribution. *Atmos. Meas. Tech.,* **9**, 1545-1551.

TSI (2003). Small-Scale Powder Disperser Model 3433. *Instruction Manual*, Revision E.

TSI (2013). Aerodynamic Particle Sizer Spectrometer Model 3321. *User's Manual*, Revision H.

Volckens, J., & Peters, T. (2005). Counting and particle transmission efficiency of the aerodynamic particle sizer. *Journal of Aerosol Science,* **36**, 1400-1408.

DOI : 10.25576/ASFERA-CFA2018-12560