

# VALIDATION DES CONCENTRATIONS MASSIQUES MESURÉES PAR UNE MICROBALANCE À ÉLÉMENT OSCILLANT (TEOM) POUR L'ÉTUDE DES PERFORMANCES D'INSTRUMENTS EN TEMPS RÉEL

X. Simon<sup>1\*</sup>, A. Leroy<sup>1</sup>, V. Koehler<sup>1</sup>, V. Matera<sup>2</sup> et S. Bau<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire de Métrologie des Aérosols, <sup>2</sup>Laboratoire d'Analyse Inorganique et de Caractérisation des Aérosols INRS, 54519 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France

\*Courriel de l'auteur : xavier.simon@inrs.fr

## TITLE

**Validation of the mass concentration measured by a Tapered-Element Oscillating Microbalance (TEOM) for investigation of direct-reading instruments' performances**

## RESUME

Du fait de leur aptitude à mesurer des événements transitoires de courte durée, les compteurs optiques de particules (COP) et les photomètres sont largement utilisés pour la caractérisation des aérosols dans les atmosphères de travail. Malgré la nécessité de déterminer un facteur de calibration pour obtenir des données de concentrations massiques plus précises pour un aérosol donné, des comparaisons avec des mesures gravimétriques sont très rarement mises en œuvre et les utilisateurs travaillent quasi exclusivement avec les données brutes non corrigées. Ce travail a pour objectif de comparer les concentrations massiques mesurées par un TEOM à des mesures gravimétriques sur filtre ou des concentrations massiques mesurées par un photomètre (TSI AM510) et un COP (TSI OPS3330). Des aérosols d'essais ont été générés avec un générateur à brosse tournante (PALAS RBG-1000), un générateur par décharge électrique (PALAS GFG-1000) ou un nébuliseur de type Laskin. Les concentrations instantanées moyennes mesurées par le TEOM sont en bon accord avec les mesures de concentrations massiques obtenues par gravimétrie sur une plage comprise entre  $\sim 0,1$  et  $\sim 100 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-3}$ . Dans le cas d'un aérosol bimodal de NaCl, les données brutes de l'AM510 sont corrélées de manière satisfaisante avec celles du TEOM ; les données brutes de l'OPS3330 sous-estiment quant-à-elles les concentrations massiques mesurées par le TEOM d'un facteur  $\geq 2$ .

## ABSTRACT

Because of their ability to measure short-term fluctuations, optical particle counters (OPC) and photometers are widely used for real-time aerosol characterization in workplace atmospheres. Despite the need for a custom calibration factor to obtain more accurate mass concentration data in a specific working area, such a gravimetric comparison is rarely implemented and hygienists use raw data most of the time. This work aimed at comparing the mass concentrations measured by a TEOM to filter-based gravimetric measurements or to mass concentrations measured by a photometer (TSI AM510) and an OPC (TSI OPS3330). Test aerosols were produced using a rotating brush generator (PALAS RBG-1000), a spark generator (PALAS GFG-1000) or a Laskin-type nebulizer. Average online mass concentrations measured by the TEOM are in close agreement with offline filter-based mass concentrations over a range from  $\sim 0.1$  to  $\sim 100 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-3}$ . Studied with a bimodal NaCl aerosol, AM510's raw data are satisfactorily correlated with TEOM, while OPS3330's raw data underestimate TEOM's mass concentrations by a factor of  $\geq 2$ .

**MOTS-CLES :** concentration massique, compteur optique de particules, photomètre, distribution granulométrique

**KEYWORDS:** mass concentration, optical particle counter, photometer, size distribution

## 1. CONTEXTE ET OBJECTIFS

Les compteurs optiques de particules (COP) et les photomètres sont désormais couramment utilisés par les préventeurs et les hygiénistes du travail pour caractériser en temps réel les aérosols dans les atmosphères professionnelles. La plus-value de ces instruments, dans une démarche de prévention des risques liés à l'inhalation de particules, réside notamment dans leur capacité à objectiver les fluctuations de la concentration en particules dans l'air, en lien avec des activités ou des événements (pics isolés ou récurrents, augmentation ou diminution soudaines, etc.). La réponse de ces techniques de mesures optiques repose sur le principe de diffusion de la lumière et dépend non seulement de la concentration de l'aérosol, mais aussi du diamètre des particules mesurées, de leur facteur de forme, de leur masse volumique ou encore de leur indice de réfraction (Sorensen et al, 2001 ; Görner et al, 2012). Ces propriétés peuvent fortement varier entre l'aérosol test standard utilisé pour réaliser le calibrage d'usine de l'instrument et les aérosols complexes à caractériser dans les atmosphères professionnelles. En réalisant des mesures gravimétriques comparatives avec des prélèvements de référence, il est par ailleurs possible de déterminer un facteur de calibrage personnalisé (CF) qui corrige la réponse de l'instrument pour un aérosol donné et ce, afin d'obtenir des données de concentrations massiques plus robustes dans une situation spécifique. Cette démarche fastidieuse est toutefois rarement mise en œuvre et les utilisateurs de terrain s'appuient le plus souvent sur les données brutes pour présenter et interpréter les résultats de mesure provenant de ces appareils.

Ce travail de laboratoire comportait deux objectifs :

- (O1) comparer les concentrations massiques mesurées par un TEOM (Thermo-Fischer Scientific, modèle 1405) avec celles mesurées par analyses gravimétriques d'échantillons prélevés par filtration ;
- (O2) comparer les (profils de) concentrations massiques mesurées par des instruments temps réel à celles de référence mesurées avec un TEOM ; dans ce travail, il s'agissait d'un photomètre (TSI AM510) et d'un COP (TSI OPS3330).

## 2. MATERIELS ET METHODE

Afin de couvrir une large gamme de concentrations massiques, différents aérosols tests non volatils ont été générés par un générateur à brosse tournante (Palas RBG-1000 – poudres de  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{BaSO}_4$  – Bau et al, 2018), un générateur par décharge électrique (PALAS GFG-1000 – électrodes de Ti – Jacoby et al, 2011) ou un nébuliseur 4 jets de type Laskin (solution de NaCl). Les expérimentations liées à l'objectif O1 ont été conduites dans trois bancs d'essais (Figure 1, Figure 2 et banc CAIMAN décrit dans Jacoby et al, 2011). Les mesures liées à l'Objectif O2 ont été réalisées sur un aérosol de NaCl (Figures 2 et 4) permettant de produire des concentrations massiques entre  $\sim 20 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  et  $\sim 20 \text{mg}\cdot\text{m}^{-3}$ , représentatives de la diversité des niveaux de concentration qu'il est possible de rencontrer sur les postes de travail.

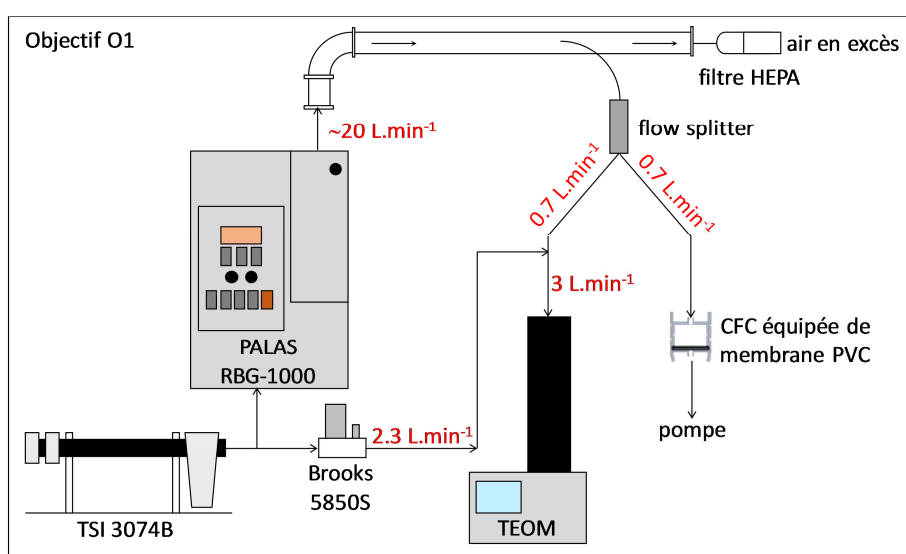


Figure 1. Banc d'essais reposant sur la génération de poudres avec un générateur à brosse tournante.

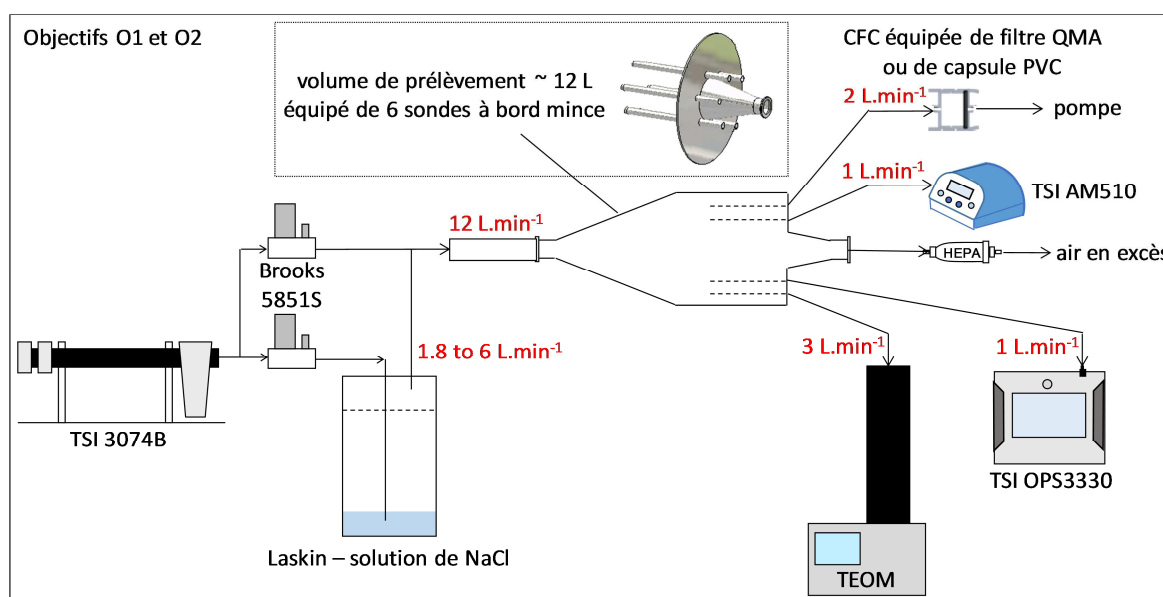


Figure 2. Banc d'essais reposant sur la génération de solution de NaCl avec un nébuliseur Laskin.

Pour répondre à l'objectif O1, des mesures comparatives ont été réalisées entre le TEOM et différents moyens de prélèvement par filtration (en fonction du banc d'essais ou de l'aérosol test – Tableau 1).

Tableau 1. Matériels utilisés pour la détermination des concentrations massiques de référence.

Dispositif de prélèvement	Média de collecte	Méthode d'analyse
cassette fermée (CFC)	PVC, fibres de quartz, capsules	gravimétrie
cassette fermée (CFC)	PVC	ICP-MS
porte-filtre BGI	PTFE	gravimétrie
cassette interne OPS	fibres de quartz	gravimétrie

Les durées de prélèvement étaient comprises entre 60 et 360 min. Les analyses gravimétriques des supports de collecte ont été effectuées avec des microbalances (Mettler XP6U ou MX5). Les analyses par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS, Nexion 350XX, Perkin Elmer) ont été réalisées après une mise en solution par digestion acide à chaud (avec micro-onde avec cavité de digestion sous pression, Ultrawave, Milestone) avec reconstitution de la matrice.

Pour répondre à l'objectif O2, des mesures comparatives ont été effectuées entre le TEOM, l'AM510 et l'OPS3330 sur des aérosols tests de NaCl (Figure 2) avec une fréquence d'acquisition commune de 30 secondes. Les données ont été obtenues pour des concentrations massiques stables dans le temps (*stable*), ainsi que pour des profils volontairement générés sous forme de pics aléatoires de concentration (*transient*).

### 3. RESULTATS ET DISCUSSION

#### 3.1. Validation des concentrations massiques mesurées par un TEOM

La Figure 3 montre que les concentrations moyennes mesurées en temps réel par le TEOM sont proches des mesures de concentrations massiques obtenues par gravimétrie sur une plage comprise entre  $\sim 1$  et  $\sim 100$   $\text{mg}\cdot\text{m}^{-3}$ . La zone grisée, présente aussi sur d'autres figures, matérialise la région entre les droites enveloppes à  $\pm 30\%$  de la bissectrice. Ce résultat est en bon accord avec la littérature où le TEOM est présenté comme un instrument fiable sur des aérosols non volatils, mais susceptible de sous-estimer les concentrations massiques en présence d'aérosols semi-volatils (Ayers et al, 1999 ; Chung et al, 2001).

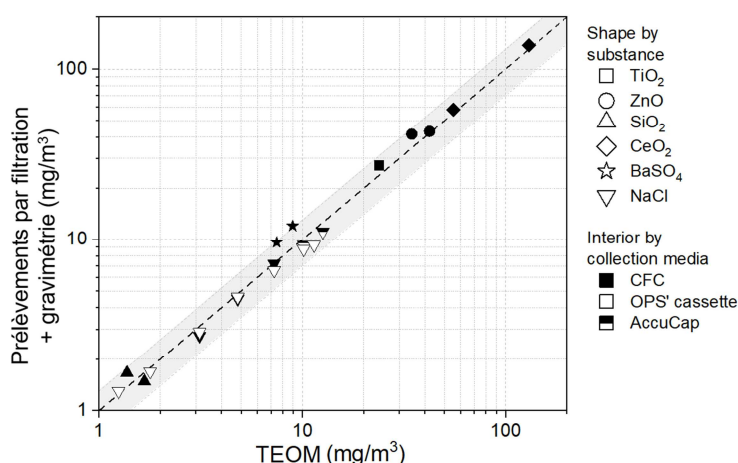


Figure 3. Validation des concentrations instantanées mesurées par le TEOM (données  $< 1$   $\text{mg}\cdot\text{m}^{-3}$  en cours d'investigation).

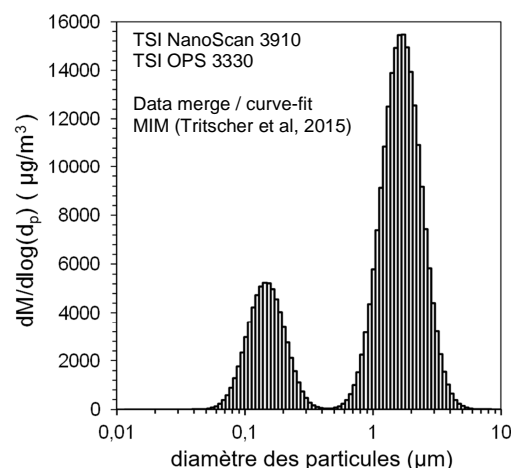


Figure 4. Distribution granulométrique en masse de l'aérosol de NaCl généré par nébuliseur Laskin.

#### 3.2. Etude des performances du photomètre AM510 et du COP OPS3330

L'aérosol de NaCl utilisé pour les essais de comparaison entre le TEOM, l'AM510 et l'OPS3330 présente une distribution granulométrique en masse bimodale, avec une population submicronique de diamètre modal  $\sim 150$  nm et une population micronique de diamètre modal  $\sim 1,7$   $\mu\text{m}$  (Figure 4). Un exemple de profils temporels des données brutes mesurées par les trois instruments est montré sur la Figure 5A.

Les données brutes de concentrations massiques de l'AM510 sont corrélées de manière satisfaisante avec celles du TEOM (Figure 5C) et ce, malgré des propriétés différentes entre les particules de NaCl (indice de réfraction  $n \sim 1,53$  – masse volumique  $\rho = 2160$   $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ) et celles utilisées pour le calibrage d'usine de l'instrument (ISO 12103-1 A1 Test Dust, mélange de silice et de différents oxydes minéraux et métalliques –  $\rho = 2650$   $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ). Par ailleurs, le modèle d'AM510 étudié présentait une instabilité accrue lors de la mesure de concentrations inférieures à  $50$   $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ .

Les données brutes de l'OPS3330 (propriétés optiques de microsphères de polystyrène –  $n \sim 1,59$ ,  $\rho = 1000$   $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  par défaut pour la conversion de la métrique nombre en masse) sous-estiment quant-à-elles les concentrations massiques mesurées par le TEOM d'un facteur  $\geq 2$  (pente = 0,44) en dessous de  $\sim 8$   $\text{mg}\cdot\text{m}^{-3}$  (Figure 5B). Contrairement au TEOM et à l'AM510, l'OPS3330 ne détecte pas les particules les plus fines de NaCl ( $< 0,3$   $\mu\text{m}$ ). De plus, l'OPS3330 ne gère pas correctement les concentrations massiques les plus élevées (Figure 5B) du fait de sa limite supérieure de concentration en nombre de  $3 \times 10^6$   $\text{p}\cdot\text{L}^{-1}$  à partir de laquelle l'instrument rencontre des erreurs liées à la coïncidence des particules dans la zone de mesure.

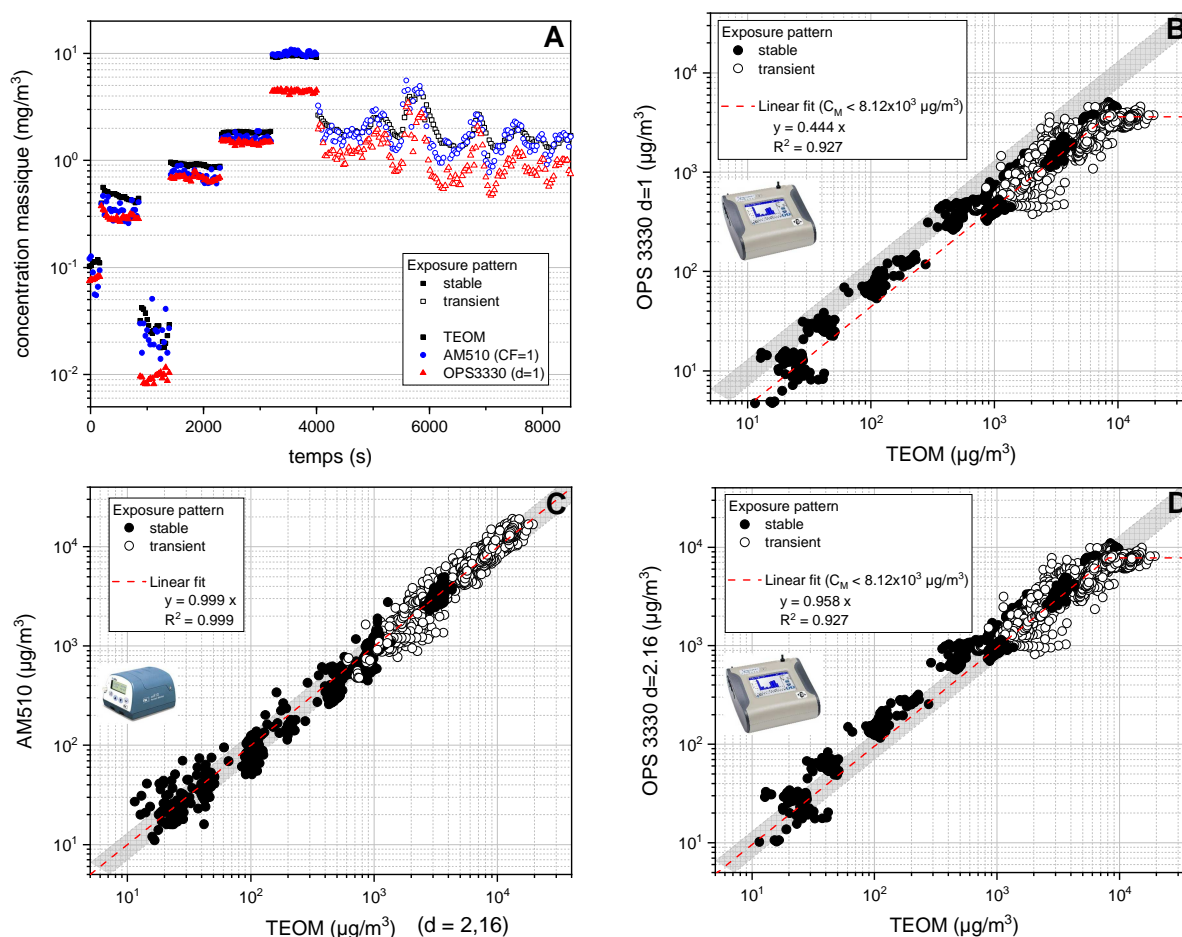


Figure 5. Comparaison des concentrations massiques instantanées mesurées par le TEOM, l'AM510 et l'OPS3330.  
 A : exemple de profils temporels ; B : TEOM vs. OPS3330 ( $d = 1$ ) ;  
 C : TEOM vs. AM510 ( $CF = 1$ ) ; D : TEOM vs. OPS3330 ( $d = 2,16$ ).

La Figure 5D permet de constater que les concentrations mesurées par l'OPS3330 sont en meilleur accord (pente = 0,96) avec celles mesurées par le TEOM lorsque les données du COP bénéficient d'un post-traitement afin de prendre en compte la masse volumique réelle des particules de NaCl ( $\rho = 2160 \text{ kg.m}^{-3}$ ). Pour aller plus loin, il serait également possible d'intégrer certaines propriétés optiques des particules de NaCl, comme l'indice de réfraction. Cette démarche séduisante, rendue possible par le caractère monosubstance et la bonne connaissance de notre aérosol d'essai de laboratoire, rencontrera toutefois des difficultés d'application lors de mesures de terrain face à un aérosol plus complexe et potentiellement variable dans le temps.

#### 4. CONCLUSIONS

Ce travail doit être considéré comme une partie préliminaire d'un projet plus large qui démarre à l'INRS et qui vise à étudier les performances des instruments optiques à lecture directe vis-à-vis de la concentration massique des aérosols, en s'appuyant à la fois sur des travaux de laboratoire et des mesures dans des atmosphères professionnelles variées. Au sein de ce projet seront étudiés les modèles de photomètres et COP suivants : TSI DustTrak 8533 & 8534, TSI AM510 & AM520, Casella MicroDust Pro, Nephelometer Sensidyne, Respicon II, Thermo Scientific DataRAM pDR-1500, SKC Split 2, etc. / TSI OPS3330, Grimm 11D, Palas Fidas Frog, LightHouse 3016, etc.

#### 5. REFERENCES

- Ayers G.P., Keywood M.D. and Gras J.L. (1999) Atmos Environ, 33: 3717-3721.  
 Bau S., Bourrous S., Gaie-Levrel F. and Witschger O. (2018) J Nanopart Res 20: 276.  
 Chung A., Chang D.P.Y., Kleeman M.J., Perry K.D., Cahill T.A. et al (2001) J Air Waste Manag Assoc, 51: 109-120.  
 Gömer P., Simon X., Bémer D., and Lidén G. (2012) J Environ Monit 14: 420.  
 Jacoby J., Bau S. and Witschger O. (2011) J Physics: Conf Series 304: 012014.  
 Sorensen, C.M., Gebhart, J., O'Hern, T.J. and Rader, D.J. (2011) - In : P. Kulkarni, P.A. Baron & K. Willeke (Ed.)  
 Aerosol Measurement: Principles, Techniques and Applications. Third edition. Chapter 13.  
 Tritscher T., Koched A., Han H.-S., Filimundi E., Johnson T., Elzey S., et al (2015) J Phys Conf Ser 617 012013