DÉVELOPPEMENT D'UN PROTOCOLE D'ÉVALUATION EN CHAMBRE ATMOSPHÉRIQUE DE PRÉLEVEURS DE PARTICULES EMPLOYÉS DANS LE CADRE D'ÉTUDES TOXICOLOGIQUES : (1) DÉTERMINATION DES CONDITIONS DE GÉNÉRATION.

A. Delater[1]*, B. Berthelot[1], L. Meunier[1], J. Queron[1], I. Coll[2]
[1]INERIS, 60550, Verneuil-en-Halatte, France
[2]LISA, UMR CNRS 7583, Université Paris Est Créteil et Université de Paris, Institut Pierre Simon Laplace (IPSL), Créteil, France
*Courriel de l'orateur : ambre.delater@ineris.fr

TITLE

Development of a protocol for the evaluation in atmospheric chambers of particle samplers used in toxicological studies: (1) determination of generation conditions.

RESUME

Les dispositifs de prélèvement de particules atmosphériques actuels ne permettent pas d'effectuer de façon satisfaisante des analyses toxicologiques, en raison de l'utilisation d'un support (filtres) pouvant induire un impact sur la modification physico-chimique des particules ce qui est peu adapté pour les analyses toxicologiques (e.g. *in vitro*). C'est pourquoi un intérêt est porté sur de nouvelles technologies utilisées dans le domaine des bioaérosols permettant des prélèvements directement dans un milieu approprié pour exposer ultérieurement les cellules (*e.g.* prélèvement en milieu liquide) mais dont l'efficacité de collecte selon la taille des particules est inconnue. Le papier présenté ici s'intéresse au développement d'un protocole d'évaluation de tels préleveurs en chambre atmosphérique, pour lever ces inconnues. Les premiers essais de générations (tests de différents paramètres de génération, choix du matériel) y sont présentés. *In fine*, l'objectif est d'appréhender la méthode la plus adaptée permettant une collecte suffisante de particules pour une meilleure sensibilité et induisant l'impact le plus limité sur la modification physico-chimique des particules pour les analyses toxicologiques.

ABSTRACT

There is a need to find new techniques for sampling atmospheric particles to carry out toxicological analyses (e.g. *in vitro).* Current techniques use unsuitable media (filters) for the analyses. A new approach would be to test new technologies used in the field of bioaerosols, with different sampling media (e.g. sampling directly in a liquid). Unfortunately, the collection efficiencies of these technologies remain poorly known. The present abstract is focused on the development of a protocol for the evaluation of such samplers in atmospheric chambers. The first generations tests (tests of different generation parameters, choice of instruments) are presented.

MOTS-CLES : génération, particules, chambre atmosphérique, analyse toxicologique / **KEYWORDS:** generation, particles, atmospheric chamber, toxicological analyses

1. INTRODUCTION

Le risque que fait peser la pollution particulaire de l'air sur la santé des populations est devenue au cours des dernières décennies une préoccupation sociétale majeure. Seulement, les études épidémiologiques peinent à établir les liens de causalité entre les expositions des populations et les effets peu spécifiques observés, quand les études toxicologiques ne sont à l'heure actuelle pas en mesure de rendre compte des effets « cocktail » des polluants. De ces incertitudes naît la nécessité de développer des méthodes de caractérisation permettant d'apporter à la fois des éléments sur la composition physico-chimique des particules et leur(s) toxicité(s) en conditions réelles d'exposition. De nombreuses études toxicologiques portant sur les particules en air ambiant utilisent des filtres comme support de prélèvements, Michael *et al* (2013), Programme ERA-NET (2013). Cependant, la désorption des particules sur filtres (sonication) induit des modifications des particules prélevées (e.g. modification de la taille des particules, Marvanova *et al* (2018)). C'est pourquoi une approche innovante reposant sur l'utilisation d'un préleveur en milieu liquide a été testé dans le cadre du projet TOXinTRANSPORT[1] piloté par l'Ineris. Malheureusement, si ce type de prélèvement présente l'avantage de ne pas avoir à

[1] Caractérisations TOXicologiques *in vitro*, chimiques et physiques de particules prélevées dans l'air d'habitacles de TRANSPORT en roulage, 2018-2021, Projet ADEME piloté par l'Ineris

DOI : 10.25576/ASFERA-CFA2021-24829 Cet article est publié sous la seule responsabilité de ses auteurs

recourir à des filtres, la question de la représentativité des échantillons prélevés se pose. Réglementairement, la caractérisation des efficacités de prélèvement reste peu abordée pour des dispositifs de prélèvements (Code of Federal Regulation[2]) dans la mesure où les protocoles proposés à l'heure actuelle sont onéreux et lourds à déployer, notamment avec l'utilisation d'une soufflerie. En laboratoire, des méthodes d'évaluation des efficacités de collecte ont été élaborées afin de facilité la mise en œuvre. Ainsi, certains auteurs proposent de réaliser des mesures de concentrations particulaires en amont et en aval des dispositifs en voie liquide testés, Su *et al* (2020). Cette méthodologie semble parfaitement adaptée pour des dispositifs de prélèvement de laboratoire tel que le BioSampler (SKC Inc.), mais elle ne permet d'aborder de manière plus générique un appareil quelconque du commerce (e.g. un cyclone). En outre, la performance de la méthode incluant la prise en compte des variations totales du processus de mesure n'a pas été réalisée. D'autres auteurs utilisent quant à eux une méthode permettant l'évaluation de préleveurs en chambre atmosphérique (60 m^3 environ) sans utilisation de soufflerie et sans mesure en amont/aval en considérant le ratio de la masse des particules modèles (particules en latex fluorescentes, PSL-F) récupérée par le filtre positionné en amont du préleveur, sur la masse de particules mesurée dans le liquide du préleveur à la fin du test, Kesavan *et al* (2010). Si la méthode de mesure a fait l'objet cette fois-ci d'une étude de performance, l'étude de l'efficacité de collecte n'a été pour sa part réalisée que sur une gamme granulométrique restreinte (1-5 µm), ne permettant ainsi pas de conclure sur des profils granulométriques d'aérosols réels. Pour pallier les limites des méthodologies évoquées, nous proposons le développement d'un protocole d'évaluation en chambre atmosphérique de préleveurs issus du commerce et dédiés aux bioaérosols, mais employés ici à des fins d'études toxicologiques. Au travers de cette communication, il est proposé de s'intéresser plus particulièrement à la question des conditions de générations des aérosols dans la chambre atmosphérique.

2. MATERIELS ET METHODES

2.1 La chambre atmosphérique

La chambre atmosphérique de l'Ineris, dans laquelle la génération des aérosols est réalisée se matérialise par une boîte à gants de dimension 118 x 73,5 x 81 cm (longueur x largueur x hauteur), soit un volume d'environ 700 litres. Le schéma de la boîte à gants avec l'installation du matériel pour les essais de génération est présenté en Figure 1.

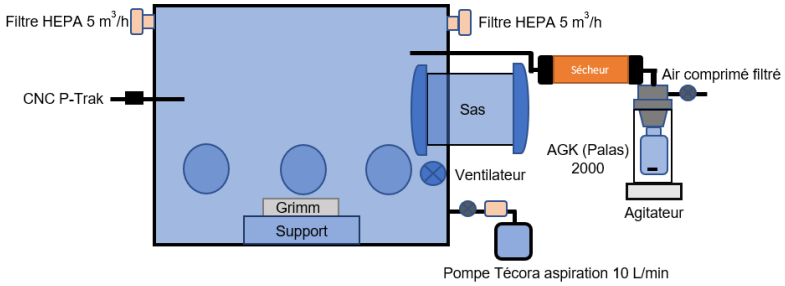


Figure 1 : Schéma de la boîte à gants

2.2 La génération des aérosols tests

La génération repose sur l'emploi du nébuliseur de particules AGK 2000 (Palas) fonctionnant jusqu'à 10 bars. L'AGK permet de générer des particules solides à partir de suspension de 0,005 à 15 µm de diamètre, d'après le fabricant (tests avec KCl). Le nébuliseur a été testé lors des essais préliminaires avec un aérosol modèle polydispersé (12103-1, A1 ultra fine test dust, PTI, Powder Technology Inc) de 0,05 à 22 µm de diamètre (avec une distribution cumulée ascendante d'environ 50 % à 4 µm) pour déterminer la concentration particulaire générée selon la granulométrie. Un agitateur a été utilisé avec le nébuliseur pour éviter l'agglomération de particules dans le flacon de l'AGK (Figure 1). Pour homogénéiser l'aérosol généré dans la chambre atmosphérique, un système de brassage d'air *via* l'emploi de ventilateurs placé à proximité de la nébulisation a été utilisé.

2.3 Le suivi des concentrations particulaires

Les concentrations particulaires au sein de la chambre atmosphériques ont été suivies à l'aide de compteurs optiques : d'un Compteur de Noyau de Condensation (CNC, 8525, P-trak, TSI) en

[2] 40 CFR Part 53 – Ambient air monitoring reference and equivalent method

DOI : 10.25576/ASFERA-CFA2021-24829 Cet article est publié sous la seule responsabilité de ses auteurs

particule/cm³ (comptage des particules de 0,02 à 1 µm de diamètre) et d'un compteur optique (Dust Monitor, 1.108, Grimm) en particule/L (mesures de la granulométrie dans des classes de tailles allant de 0,23 à 20 µm de diamètre). Si le CNC permet d'avoir un suivi de l'évolution de la concentration des particules en temps réel, le Grimm permet quant à lui de connaître la concentration des particules nébulisées selon leur granulométrie au cours du temps.

2.4 Le plan expérimental

Afin d'assurer une nébulisation dans la chambre (i) constante dans le temps, (ii) reproductible, (iii) en concentrations suffisantes pour permettre des quantifications par fluorescence, un plan d'expérience a été établi pour déterminer les meilleures conditions expérimentales pour la génération (résumé dans le Tableau 1).

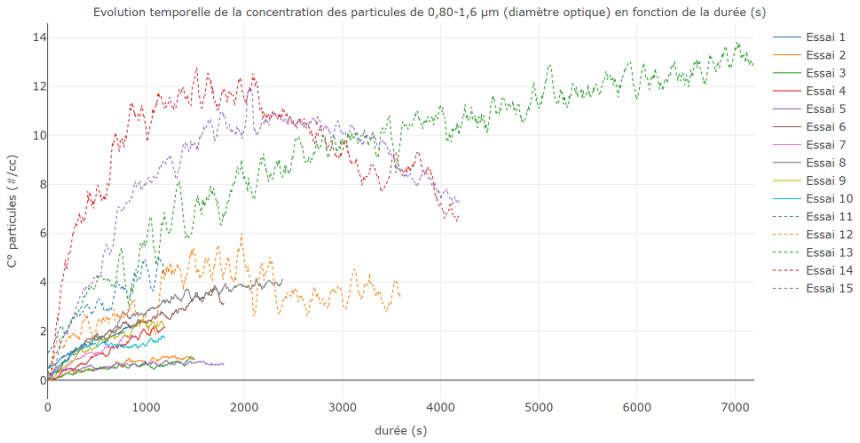
Quinze essais ont été réalisés dans la chambre en modifiant les paramètres suivants : présence ou non d'un sécheur, concentration en poussière normalisée dans le flacon du nébuliseur, débit du nébuliseur, durée de la génération et paramètres d'homogénéisation.

Tableau 1. Présentation des essais

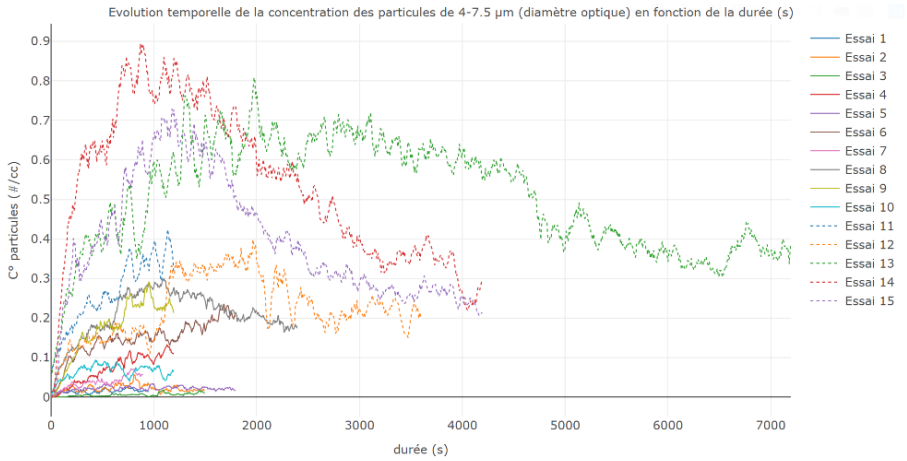
Essais	Sécheur	C° Dust (g/L)	Débit AGK (L/min)	Durée génération (min)	Paramètres homogénéisation*
1	Oui	1	10	18	10 min d'aspiration de la chambre
2	Oui	0,5	10	25	10 min d'aspiration de la chambre
3	Oui	0,5	10	25	12 min de ventilation + 5 min d'aspiration de la chambre
4	Oui	0,5	6	20	10 min de ventilation
5	Oui	0,5	4	30	30 min de ventilation
6	Oui	1,5	6	30	20 min de ventilation
7	Oui	1,5	6	15	10 min de ventilation
8	Oui	1,5	6	40	10 min de ventilation
9	Non	1,5	6	20	10 min de ventilation
10	Non	1,5	8	20	10 min de ventilation
11	Non	1,5	4	20	10 min de ventilation
12	Non	1,5	2,5	60	10 min de ventilation
13	Non	1,5	4	120	10 min de ventilation
14	Non	1,5	6	70	10 min de ventilation
15	Non	1,5	6	70	10 min de ventilation

3. RESULTATS PRELIMINAIRES

Les Figure 2a et 2b représentent l'évolution temporelle des concentrations en particules mesurées par le Grimm dans la boîte à gants selon la taille des particules selon les différentes configurations présentées dans le Tableau 1. Le générateur AGK est capable de générer des particules jusqu'à 4-7,5 microns en concentrations faibles (inférieures à 1 particule.cm^{-3}).



a)



b)

Figure 2 : Représentations graphiques des évolutions temporelles des concentrations particulaires pour les particules sur la gamme en diamètres optiques (a) 0-80-1.6 µm et (b) de 4-7.5 µm.

Comme l'illustrent ces deux figures, la concentration maximale générée, le temps d'établissement et la stabilité sont entièrement fonction des conditions de génération des aérosols. En termes de concentration maximales, ce sont les paramètres des essais 13 à 15 qui ont permis d'atteindre les hautes concentrations en particules sur les trois gammes considérées (0,80-1,6 µm, 2-4 µm et 4-7,5 µm) respectivement 13,81, 5,63 et 0,89 particules/cm^{-3}. Les concentrations particulaires les plus hautes ont été générées avec un débit compris entre 4 et 6 L/min pour une génération d'au moins 30 min environ pour les particules de 0,80-1,6 µm de diamètre contre 15 à 30 min pour les particules de 4-7,5 µm de diamètre.

4. CONCLUSIONS & DISCUSSION

Les 15 essais préliminaires ont permis de tester le générateur AGK selon différentes conditions et de conclure sur les paramètres les plus favorables pour le développement du protocole d'évaluation de préleveurs en boîte à gants. Afin de comparer précisément ces concentrations avec celles générées par Kesavan *et al* (2010) dans leur protocole (soit 29 particule.cm^{-3} pour les particules de 1 µm, 7 particule.cm^{-3} pour les particules de 3 µm et 0,6 particule.cm^{-3} pour les particules de 5 µm de diamètre) l'utilisation d'un compteur optique plus adapté (tel que l'APS) pourrait être utilisé. Le générateur AGK permet de générer des concentrations particulaires avec une faible variation (même ordre de grandeur), *e.g.* essai 13, variation entre 8 et 14 particule.cm^{-3} après 30 min de génération.

La concentration en *dust* dans la solution nébulisée par le générateur AGK influe sur les concentrations émises (différence d'un ordre de grandeur entre les essais effectués avec une concentration en *dust* de 0,5 g/L et les essais effectués avec une concentration en *dust* de 1,5 g/L).

Les essais 13 à 15 ont permis de mesurer les plus hautes concentrations particulaires. Ces essais ont été effectués avec un débit de nébulisation entre 4 et 6 L/min, avec une concentration en *dust* dans la solution du nébuliseur de 1,5 g/L et pendant une génération d'au moins 1 h.

Programme ERA-NET - Bioenergy : BIOHEALTH Effets sur la santé des particules émises par les petites installations de combustion de la biomasse. Contribution INERIS : Caractérisation physicochimique et toxicologique d'échantillons d'air prélevés à l'émission d'appareils de chauffage domestique au bois et dans l'air ambiant d'un site urbain impacté par les émissions du chauffage domestique au bois. 2013. DRC-13-106434-02195A. INERIS.

Kesavan, J., D. Schepers and A. R. McFarland (2010). Sampling and Retention Efficiencies of Batch-Type Liquid-Based Bioaerosol Samplers. *Aerosol Science and Technology* 10:817-829.

Marvanova, S., P. Kulich, R. Skoupy, F. Hubatka, M. Ciganek, J. Bendl, J. Hovorka, M. Machala (2018). Size-segregated urban aerosol characterization by electron microscopy and dynamic light scattering and influence of sample preparation. *Atmospheric Environment* 178 :181-190.

Michael, S., M. Montag, W. Dott (2013). Pro-inflammatory effects and oxidative stress in lung macrophages and epithelial cells induced by ambient particulate matter. *Environmental Pollution* 183:19-29.

Su, Y., W. Wang, W. Wang, L. Zhai, X. Shen, J. Xu and Z. Li (2020). Re-evaluation of BioSampler and its improvement for on-line, time-resolved monitoring of environmental coarse aerosol. Atmospheric Environment (2020) 117249.

DOI : 10.25576/ASFERA-CFA2021-24829 Cet article est publié sous la seule responsabilité de ses auteurs