

OPTIMISATION DE LA METHODE DE PRELEVEMENT DE PARTICULES ULTRAFINES METALLIQUES PAR DES IMPACTEURS EN CASCADE

Virginie Matera¹, Naïma Gaudel¹, Sébastien Bau²

¹Laboratoire d'Analyse Inorganique et de Caractérisation des Aérosols, ²Laboratoire de Métrologie des Aérosols, Département Métrologie des Polluants, INRS, 1 rue du Morvan, F-54500 Vandoeuvre, France

*Courriel de l'orateur : virginie.matera@inrs.fr

TITLE

Optimization of a sampling method of metallic ultrafine particles by cascade impactors

RESUME

Les impacteurs en cascade permettent de déterminer, via l'analyse gravimétrique des supports, la distribution granulométrique en masse d'aérosols. L'aérosol généré sur un banc de fumées de soudage (BFS) a permis de déterminer l'influence sur le prélèvement de divers paramètres tels que la nature et la quantité du dépôt de graisse sur les supports de collecte pour plusieurs dispositifs. Quatre impacteurs en cascade ont été étudiés lors de ces essais (DLPI+, MARPLE, SIOUTAS et Minimoudi). Les résultats confirment l'intérêt du graissage des supports. Les conditions optimales de préparation des supports, afin de réaliser des prélèvements reproductibles, ont également été déterminées.

ABSTRACT

Cascade impactors make it possible to determine, via gravimetric analysis of the supports, airborne particle mass size distribution. The aerosol generated by a welding fume setup was used to determine the influence on the sampling of various parameters such as the nature and quantity of the grease deposit on the collection supports for several devices. Four cascade impactors were studied during these tests (DLPI+, MARPLE, SIOUTAS and Minimoudi). The results confirm the benefit of lubricating the supports. The optimal conditions for preparing the supports, in order to carry out reproducible samples, were also determined.

MOTS-CLES : nanoparticules, distribution, impacteur, dépôts de graisse, DLPI+, MARPLE, SIOUTAS, Minimoudi

KEYWORDS: nanoparticles, distribution, impactor, grease deposit, DLPI+, MARPLE, SIOUTAS, Minimoudi

1. INTRODUCTION

Les impacteurs en cascade permettent de collecter des particules en fonction de leur diamètre aérodynamique et donc de déterminer, par gravimétrie, la distribution granulométrique d'aérosols dans des gammes submicroniques. Ces outils sont une aide précieuse puisque, au-delà de la détermination de la distribution d'un aérosol à l'échelle nanométrique, ils permettent de collecter des échantillons pouvant être ensuite caractérisés par le biais d'analyses complémentaires (analyses chimiques ou microscopiques). Cette caractérisation de la distribution et de la composition chimique des aérosols est un réel apport en matière de compréhension des effets des particules ultrafines (PUF), notamment sur la santé et permet aussi d'orienter des solutions de préventions techniques (transfert, filtration).

Les principaux artefacts connus du prélèvement par impacteur en cascade sont les phénomènes de rebond des particules, leur entraînement (« blow off ») en cas de surcharge sur le support d'impaction et les phénomènes de dépôts sur les parois. Ces phénomènes, s'ils ne sont pas maîtrisés (ou évalués), nuisent à la reproductibilité des prélèvements. Dans le cadre de cette étude, l'optimisation et la comparaison de prélèvements ont porté sur 4 impacteurs de caractéristiques différentes à savoir : le DLPI+ (DEKATI®), le MARPLE (TISCH Environmental®), le SIOUTAS (SKC®) et le Minimoudi 135-8 (TSI®). Le banc de génération de fumées de soudage a été mis en œuvre afin de produire de manière reproductible et en quantité suffisante des PUF métalliques dans des conditions représentatives d'environnements rencontrés en milieu industriel.

Ainsi, l'optimisation de ces prélèvements permettra de disposer d'une méthode reproductible et complémentaire aux analyseurs en temps réel afin de préciser les expositions aux PUF métalliques (Matera et al 2019), (projection thermique, impression 3D oxycoupage, découpe laser, etc...), autant de secteurs où les opérateurs sont exposés à des substances pour lesquelles il est indispensable de cerner et caractériser davantage les expositions potentielles.

2. MATERIELS ET METHODES

2.1. Génération des aérosols d'essai

Les essais présentés ont tous été effectués avec un générateur de soudage SAF PRO (Air Liquide) utilisant un mélange de gaz Ar/CO₂ 82%/18% (M21, ATAL5). Le fil utilisé pour ces essais est un fil inox FILINOX 316LSI (Fe 50-60% ; Cr 10-25% ; Ni 10-15% ; Mn 1-3% ; Si 0.3-1% ; Mo 1-5% ; Cu < 0.3%). Les cordons de soudure sont réalisés sur des éprouvettes en acier standard brutes dégraissées.

Le déplacement de la pièce et de la torche est assuré par un système de déplacement 2D. L'ensemble est installé dans une enceinte dont la partie basse est équipée d'une grille perforée permettant la compensation de l'air extrait en partie haute. La sonde de prélèvement est placée dans ce flux d'air extrait (débit d'extraction $\cong 120 \text{ m}^3/\text{h}$) et est reliée, le cas échéant, à un flow splitter 1-4 voies (PALAS). Il est à noter que l'influence du splitter a été évaluée à partir d'essais effectués sur banc de soudage (8 essais) et ne montre pas de différence statistiquement significative entre les moyennes des essais en fonction de la voie du splitter au niveau de confiance de 95%. L'ensemble du système (commande et information du générateur de soudage, système de déplacement, métrologie des débits de gaz protecteur ...) est automatisé et supervisé par une application Labview.

La concentration massique de l'aérosol est de l'ordre de 35 mg.m^{-3} dans les conditions standards.

2.2. Impacteurs étudiés

Le tableau 1 recense les principales caractéristiques des impacteurs étudiés.

Tableau 1. Principales caractéristiques des impacteurs étudiés et supports associés

	DLPI+	MARPLE	SIOUTAS	MINIMOUDI 135-8
Nature du prélèvement	Ambiance	Individuel	Individuel	Individuel
Nombre d'étages (+ filtre terminal le cas échéant)	14	8 (+1)	4 (+1)	8 (+1)
Débit nominal (L/min)	10	2	9	2
Diamètre de coupure (d_{50}) de chaque étage (en μm)	0,016 / 0,030 / 0,054 / 0,094 / 0,15 / 0,25 / 0,38 / 0,60 / 0,94 / 1,60 / 2,50 / 3,60 / 5,30 / 10,00	0,56 / 0,93 / 1,55 / 3,50 / 6,00 / 9,80 / 14,80 / 21,30	0,25 / 0,50 / 1,00 / 2,50 / 10,00	0,18 / 0,32 / 0,56 / 1,00 / 1,80 / 3,20 / 5,60 / 10,00
Nature des supports d'impaction (+ filtre terminal)	PVC 25 mm	Disque Mylar 37 mm en PET (+ PVC 34 mm)	PVC 25 mm (+ PVC 37 mm)	PVC 37 mm demi disque (+ PVC 37 mm)

2.3. Préparation des supports de collecte (graissage)

Les supports ont été préalablement lavés (Triton) afin d'éliminer les charges électrostatiques dommageables pour l'analyse gravimétrique selon les recommandations de la fiche MétroPol M-274 (INRS, 2008). Le dépôt de graisse sur les supports de prélèvements vise à limiter le phénomène de rebond des particules (Turner, 1987, Schumann 1988, Chen, 2011) et a fait ici l'objet d'une optimisation tant sur la nature de la graisse que sur la quantité de graisse à déposer. Ainsi les différents supports ont été graissés soit avec une graisse de vaseline (Apiezon-L, notée « AL »), soit avec une graisse à base de silicone (Dow Corning, notée « DC »). L'acide oléique qui est mentionné dans certaines études n'a pu être ici utilisé en raison de l'incompatibilité de cette substance avec le support PVC, qui est très majoritairement utilisé dans les dispositifs étudiés du fait notamment de performances intéressantes en termes d'analyse gravimétrique ($\text{LOQ} \approx 5 \mu\text{g}$ dans les conditions environnementales des essais). Des essais complémentaires ont été menés sans ajout de graisse (notés « SG ») et avec un graissage tel que recommandé par le distributeur du DLPI+ (spray d'AL, DEKATI®), notés « DK ».

Un banc de graissage (cf. figure 1) a été spécialement conçu afin de déposer, de manière reproductible, des quantités de graisse connues. La génération est assurée par un aérographe, les supports de prélèvement sont positionnés sur un plateau circulaire motorisé et piloté par une interface numérique. Les paramètres pouvant être modifiés sont : la vitesse du plateau, la hauteur de l'aérographe ainsi que le débit d'air comprimé alimentant l'aérographe. Après plusieurs essais, l'heptane a été choisi comme solvant et la viscosité du mélange graisse/heptane a été optimisée afin de faciliter le dépôt homogène de la graisse sur les supports.

La masse de graisse déposée sur les supports d'impaction a été déterminée par gravimétrie. Selon Pak *et al* (1992) la hauteur de graisse nécessaire permettant de minimiser le phénomène de rebond des particules et

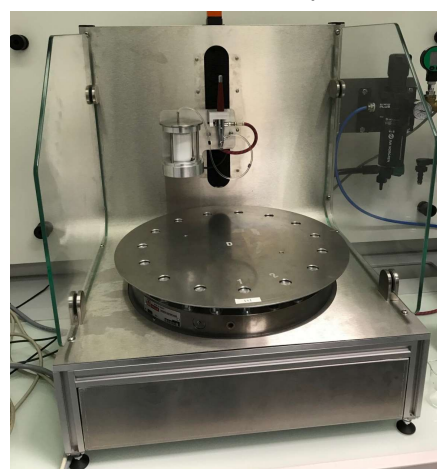


Figure 1. Banc de graissage

ainsi d'assurer une efficacité de collecte correcte, pour un impacteur basse pression (MOUDI 8 étages fonctionnant à un débit de 30 l/min), est estimée à 9 µm, valeur de référence pour ces essais.

2.4. Détermination de la distribution des aérosols et analyse des dépôts sur les parois

L'analyse gravimétrique des supports de collecte permettra d'établir la distribution massique des PUF métalliques, ainsi que leur concentration massique totale en sommant les concentrations obtenues pour chaque étage.

Les dépôts sur les parois sur les différents dispositifs ont été évalués par un essuyage de la totalité des « jet plates » et « impaction plates » ; suivi d'une analyse chimique (par ICPOES) après digestion acide.

3. RESULTATS

3.1. Essais sur DLPI+

Les premiers essais permettant d'orienter le choix de la graisse ainsi que la charge minimale nécessaire ont été menés par prélèvements sur l'impacteur DLPI+. En effet, il s'agit du dispositif pour lequel les vitesses d'air sont les plus importantes, donc les conditions les plus défavorables à la stabilité de la graisse. La quantité de graisse initiale déposée sur la surface d'impaction correspond à une hauteur de 9 µm (Pak et al, 1992), correspondant à 2,8 mg pour DC et 2,28 mg pour AL. Des essais à 20 et 180 % de cet optimum ont également été effectués. Des tests sous flux d'air propre ont été menés au préalable afin de valider la stabilité des graisses dans les conditions d'utilisation du DLPI+, notamment en termes de basse pression

Essais à charge de graisse variable : Les résultats ne montrent pas de différences significatives sur la distribution granulométrique entre différentes charges de graisse en AL (20, 100 et 180 % de l'optimum). La concentration en PUF sur chaque étage est également équivalente et proche du prélèvement effectué avec graissage DK préconisé par le fournisseur. En revanche les essais menés avec un graissage DC montrent un décalage important de la distribution, par rapport à l'ensemble des essais (DK, AL toutes charges, SG et DK 20% de charge), vers des valeurs plus grandes des diamètres aérodynamiques médians, D50, (décalage ≈300 nm) et ce pour une charge en DC de 100 et 180%. Ce constat semble indiquer que la DC à partir d'une charge de 100% limite de manière significative les phénomènes de rebond.

Validation de la nature de la graisse : Il s'agit ici d'essais menés à charge en graisse optimale (100%) constante. La charge en PUF est également fixée (5 cordons de soudage successifs, soit une masse totale de particules de l'ordre de x mg). La figure 2 illustre les distributions granulométriques cumulées obtenues (après inversion des données selon Bau and Witschger, 2013) pour les deux graisses étudiées (AL et DC) ainsi que les essais avec la graisse constructeur (DK) et les essais sans graissage (SG) pour référence. Le diamètre médian D50 a été déterminé pour chaque nature de graisse (à quantité déposée équivalente et concentration de PUF générée équivalente, soit 5 cordons de soudage). Les valeurs obtenues sont les suivantes : 0,31 µm DK ≈ 0,32 µm SG < 0,37 µm AL << 0,42 µm DC.

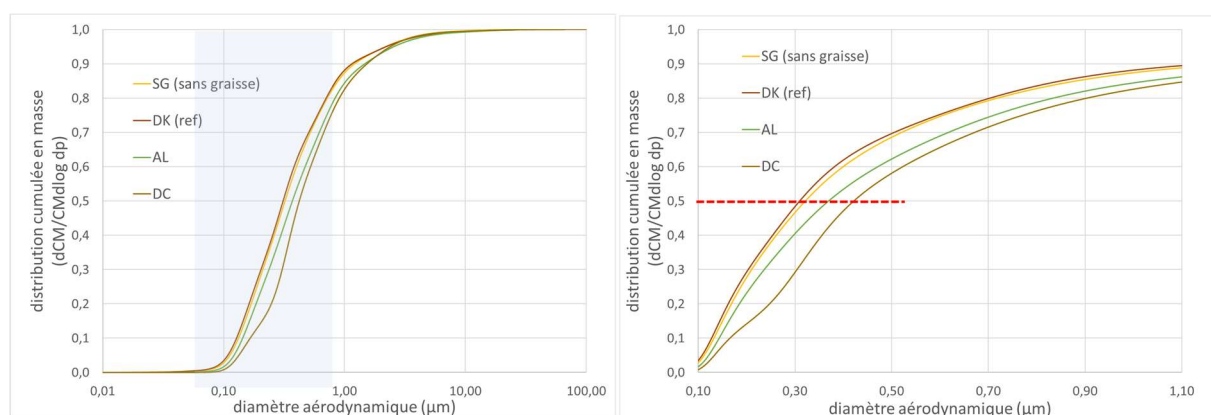
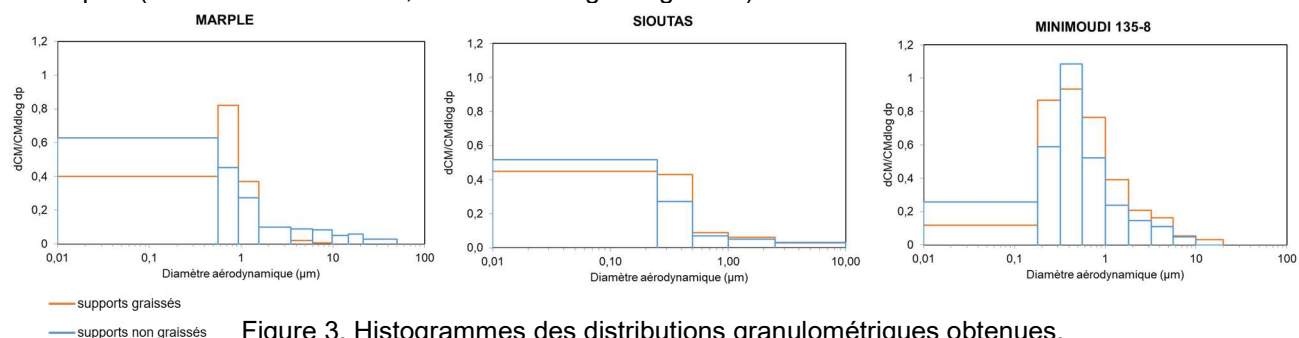


Figure 2. Distributions granulométriques cumulées de prélèvements DLPI+ en fonction du mode de graissage (avec zoom de la partie grisée sur le graphique de droite)

Ces essais confirment que les distributions avec graissage DK et sans graisse sont équivalentes. Ce graissage ne semble donc pas avoir d'effet significatif sur la limitation du rebond des particules avec cet impacteur. Le graissage AL avec le mode de dépôt utilisé lors de cette étude apparaît relativement efficace pour limiter ce phénomène. La graisse silicone DC, à la charge définie, se trouve être optimale pour collecter les particules sur les supports d'impaction.

3.2. Comparaison des impacteurs

Une fois la nature de la graisse et la charge optimisées, des essais ont été effectués sur des impacteurs plus classiquement utilisés en prévention sur le terrain (impacteurs individuels) ; il s'agit de comparer les distributions granulométriques obtenues avec et sans graissage des supports. La figure 3 présente les résultats obtenus par analyse gravimétrique pour ces trois dispositifs dans des conditions de générations identiques (concentration en PUF, nature et charge de graisse).



Quel que soit l'impacteur utilisé, le graissage DC conduit à une granulométrie décalée vers les particules de diamètre supérieur, ce qui correspond à une limitation du rebond des particules.

Misra et al (2002) ont mené des essais dans le cadre du développement et de l'évaluation de l'impacteur individuel SIOUTAS. Ces essais ont été effectués sur des membranes en téflon, aluminium, quartz et quartz graissé. Les distributions obtenues alors avec des supports en quartz graissés ou non graissés ne montrent pas de différences significatives ; les auteurs en ont ainsi conclu que le graissage des supports dédiés aux prélèvements sur ce dispositif n'est pas nécessaire. Néanmoins, il reste probable que le graissage sur un filtre en profondeur (quartz) limite l'efficacité du graissage, ce qui n'est probablement pas le cas sur des membranes (PVC, MEC, Teflon, etc ...).

Des résultats complémentaires seront disponibles ultérieurement.

4. CONCLUSION

Cette étude a mis en évidence la nécessité de graisser les supports de prélèvement. La nature et la quantité de la graisse sont également déterminants afin d'éviter les effets de rebonds. Sur la base de nos résultats expérimentaux, la graisse de silicone a été retenue. La hauteur de dépôt minimale est conforme à ce qui est décrit dans la littérature (Pak, 1992).

De plus, des essais complémentaires ont été menés via d'autres moyens de générations et sur des distributions d'aérosols différentes à celles observées sur le banc de fumées de soudage. Les résultats confirment la similarité des distributions obtenues avec le DLPI+ et le Minimoudi (Simon et al, 2022).

Ce dernier dispositif, conçu pour effectuer des prélèvements individuels d'aérosols, de par sa résolution et sa facilité d'utilisation (préparation des supports), semble être un excellent candidat afin de documenter, de manière courante et usuelle, la caractérisation des expositions aux PUF métalliques. A cette fin, la mise en œuvre d'un tel dispositif permet de collecter des PUF en vue d'analyses ultérieures pouvant alimenter des études toxicologiques ou épidémiologiques, ou encore de déterminer la distribution granulométrique moyenne via un prélèvement sur une plage temporelle importante en relation directe avec l'évaluation des expositions des salariés.

Matera V., Rousset D., Bau S. (2019), Hygiène et sécurité du travail n° 259.

INRS, 2008, MétroPol M-274 Aérosols en fraction inhalable (<https://www.inrs.fr/publications>).

Turner J.R., Hering S.V. (1987) Journal of Aerosol Science, 18(2): 215-224.

Schumann T., Gysi H., Kaelin S. (1988) Journal of Aerosol Science, 19(7): 993-996.

Chen, S.C., Tsai, C.J., Chen, H.D., Huang, C.Y. and Roam, G.D. (2011). Aerosol Sci. Technol. 45: 596-603.

Pak S.S., Liu B.Y.H., Rubow K.L. (1992) Aerosol Science and Technology, 16(3): 141-150.

M. Misra, C., Singh M., Shen S., Sioutas C. and Hall P.H. (2002) Aerosol Science, 33, 1027-1047.

Bau S., Witschger O. (2013) Journal of Physics: Conference Series 429 012002.

Simon X., Barbier G., Matera V., Payet R., Gaudel N, Bau S. (2022) Congrès Français sur les Aérosols, Paris