

CARACTERISATION DES AEROSOLS DE NaCl ET DE CsCl PRODUITS PAR UN GENERATEUR A ULTRASONS (MODELE SINAPTEC 80 KHZ)

X. Simon^{1,*}, G. Barbier¹, V. Matera², R. Payet¹, N. Gaudel² et S. Bau¹

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

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

TITLE

Characterization of NaCl and CsCl aerosols produced by an ultrasonic generator (SinapTec 80 kHz)

RESUME

Du fait de leur aptitude à mesurer des événements en temps réel de courte durée, les compteurs optiques de particules (COP) et les photomètres sont de plus en plus utilisés pour la caractérisation des aérosols dans les atmosphères de travail. Un projet INRS vise à étudier les performances de ces familles d'instruments optiques à lecture directe vis-à-vis de la concentration massique des aérosols. Les essais de laboratoire sont menés avec une variété de générateurs de particules, en voie sèche ou en voie humide, permettant de couvrir une gamme de diamètre de ~0,1 à ~20 µm et une gamme de concentration de ~20 µg.m⁻³ à ~50 mg.m⁻³. Afin de compléter l'éventail des moyens de génération disponibles, l'objectif de ce travail était de prendre en main un générateur à ultrasons (modèle SinapTec 80 kHz) récemment acquis et de caractériser la diversité des aérosols générés, notamment en terme de distributions granulométriques, de concentrations en masse et de stabilité. Le générateur était alimenté avec des solutions de NaCl ou de CsCl dont les concentrations massiques étaient comprises entre 0,1 et 100 g.L⁻¹. Conformément à la théorie (gouttelettes générées de 25 µm pour une fréquence de 80 kHz), le générateur permet bien de produire une variété d'aérosols présentant des diamètres médians équivalents en masse (TSI OPS 3330 et TSI APS 3321) compris entre environ 1 et 10 µm. Les concentrations massiques associées étaient le plus souvent comprises entre 0,2 et 2 mg.m⁻³ (TSI AM520). L'emploi d'environ 400 mL de solution correctement agitée permet de générer des aérosols stables en distribution granulométrique en masse (CV < 2%) et en concentration massique (CV < 10%) pendant ≥ 3 h.

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. An INRS project aims to study the performance of these direct reading optical instruments with respect to the aerosols mass concentration. Laboratory tests are conducted with a variety of particle generators, covering a diameter range of ~ 0.1 to ~ 20 µm and a concentration range between ~20 µg.m⁻³ and ~50 mg.m⁻³. In order to diversify the usable generators, the objective of this work was to characterize the aerosols generated by an ultrasonic generator (SinapTec 80 kHz model), in particular in terms of particle size distributions, mass concentrations and stability. The generator was fed with NaCl or CsCl solutions whose mass concentrations were between 0.1 and 100 g.L⁻¹. In accordance with the theory (generated droplets of 25 µm for a frequency of 80 kHz), the generator is able to produce a variety of aerosols presenting mass median diameters (TSI OPS 3330 and TSI APS 3321) between ~1 and ~10 µm. Associated mass concentrations were often measured between 0.2 and 2 mg.m⁻³ (TSI AM520). Using approximately 400 mL of properly stirred solution will generate aerosols that are stable in particle mass size distribution (CV <2%) and mass concentration (CV <10%) for at least 3 hours.

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

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

1. CONTEXTE ET OBJECTIF

Le contexte de ces travaux s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche plus large qui vise à étudier les performances d'instruments optiques à lecture directe vis-à-vis de la concentration massique des aérosols. Les compteurs optiques de particules (COP) et les photomètres sont en effet de plus en plus fréquemment utilisés par les préventeurs et les hygiénistes du travail pour caractériser en temps réel les aérosols dans les atmosphères professionnelles. Au sein d'une démarche de prévention des risques liés à l'inhalation de particules, ces instruments de mesure permettent notamment d'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.). Le projet global prévoit de réaliser des mesures comparatives entre des instruments candidats et des mesures de référence (TEOM et analyse gravimétrique), d'abord sur des aérosols modèles de laboratoire puis sur des aérosols complexes dans des atmosphères professionnelles variées. Dans le cadre des essais de laboratoire, les aérosols doivent idéalement couvrir une gamme de diamètre de ~0,1 µm à ~20 µm et une gamme de concentration de ~20 µg/m³ à ~50 mg/m³. Pour ce faire, le Laboratoire de Métrologie des Aérosols dispose de différents générateurs de particules reposant sur des principes de mise en suspension par voie sèche ou par voie liquide. Pour compléter l'éventail des moyens de génération disponibles, l'objectif de ce travail était de prendre en main un générateur à ultrasons (modèle SinapTec 80 kHz) récemment acquis et de caractériser la diversité des aérosols générés, notamment en termes de distributions granulométriques, de concentrations en masse et de stabilité.

2. MATERIELS ET METHODE

2.1. Description du générateur à ultrasons SinapTec (modèle 80 kHz)

Le générateur est constitué d'une embase de nébulisation incluant un transducteur à ultrasons de 80 kHz alimenté par un générateur ultrasonore Lab120 et une colonne d'injection d'air et de séchage des gouttelettes de diamètre 120 mm et de longueur 600 mm (Figure 1). La fréquence des ultrasons est mesurée en temps réel par le générateur ultrasonore Lab120, via le logiciel NextGen Ultrasonic Platform.

La mise en suspension des particules dans l'air repose sur un principe de nébulisation ultrasonore d'une solution saline (ou de toute autre solution constituée d'eau mélangée avec différents additifs). La solution est acheminée par une pompe péristaltique au centre de l'embase de nébulisation, à un débit maximal de 1 L/h, afin de s'écouler par filets liquides sur la céramique piézoélectrique (Figure 1). Le champ acoustique produit par les vibrations du transducteur à ultrasons génère des gouttelettes qui sont initialement entrainées dans la cheminée par l'air de dispersion (10 L.min⁻¹), qui est introduit autour du plateau vibrant du transducteur ultrasonore et permet également son refroidissement. Pour une fréquence voisine de 80 kHz, le diamètre des gouttelettes générées par ce modèle de générateur se situe autour de 25 µm (donnée fabricant).

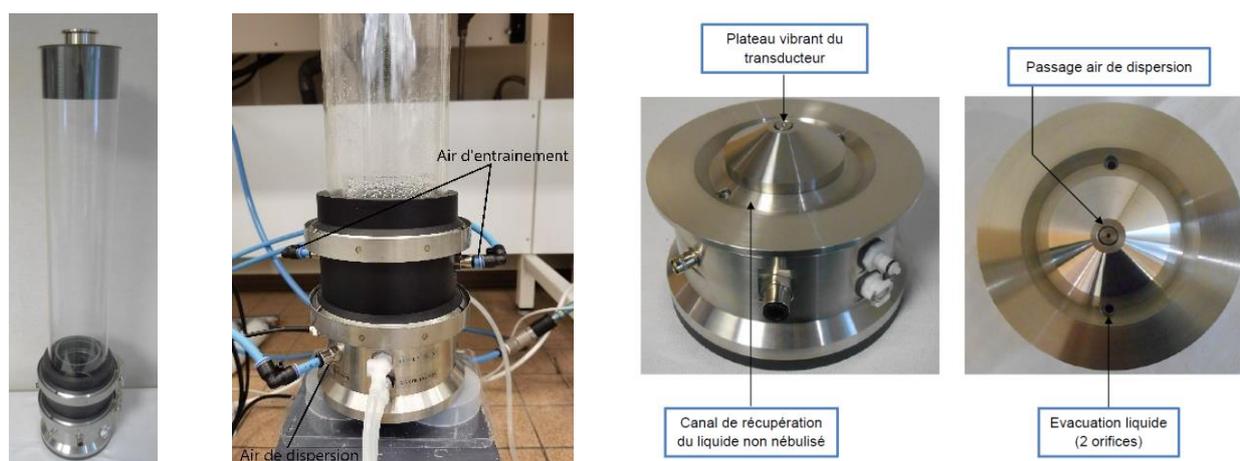


Figure 1. Générateur à ultrasons constitué d'une embase de nébulisation et d'une chambre d'injection d'air (à droite), d'une colonne de séchage (à gauche), d'une pompe péristaltique et d'un générateur ultrasonore Lab120 (non visibles)

Dans sa partie supérieure, l'embase est surmontée d'une chambre d'injection d'air sur laquelle se fixent les deux arrivées d'air de séchage qui vont assurer un entraînement ascensionnel cyclonique des gouttelettes et leur séchage rapide au sein de la cheminée. Le débit d'air d'entraînement / séchage recommandé par le fabricant est d'environ 160 L/min, mais il peut être abaissé en fonction des objectifs de l'essai. Après séchage, l'aérosol d'essais est donc constitué de particules sèches dont le diamètre est fonction de la concentration massique des sels traceurs initialement dissous dans l'eau (Chen et al., 2011; Witschger et al., 2011). Le générateur était alimenté avec des solutions aqueuses de NaCl ou CsCl dont les concentrations massiques étaient comprises entre 0,1 et 100 g.L⁻¹. Une partie des gouttelettes produites dans la chambre de nébulisation se dépose toutefois en bas de la cheminée et ruisselle le long des tubes en plexiglas. Un canal de récupération du liquide est prévu dans l'embase et deux orifices permettent l'évacuation du liquide (Figure 1) qui circule en circuit fermé via la pompe péristaltique. La totalité de la solution injectée dans le générateur n'est donc pas générée sous forme de particules sèches : une fraction se dépose sur les parois de la colonne et une autre fraction est évacuée, encore sous forme liquide.

2.2. Description du banc d'essais

Le banc d'essais est principalement constitué du générateur à ultrasons SinapTec connecté à une enceinte permettant le conditionnement et la caractérisation des aérosols générés (Figure 2). L'enceinte de prélèvement comprend une entrée conique d'une longueur d'environ 30 cm et une zone d'échantillonnage cylindrique (longueur 30 cm et diamètre 20 cm) ; son volume est d'environ 12 L. L'échantillonnage de l'aérosol expérimental est réalisé par six sondes à bord mince présentant un diamètre interne de 10 mm et une longueur de 20 cm. La température et l'humidité relative de l'air étaient mesurées en continu par un thermo-hygromètre (Rotronic®, Hygroclip2 Advanced HC2A HygroPalm 2) dont la sonde était introduite au sein du flux d'air. En fonction des jours ou des conditions expérimentales des essais, la température de l'air a majoritairement varié entre 20 et 25 °C et l'humidité relative de l'air entre 15 et 50 %.

Entre le générateur et l'enceinte de prélèvement, une vanne permettait d'évacuer une partie du débit total de génération pour ne laisser entrer dans l'enceinte qu'un débit de l'ordre de 35 ± 5 L.min⁻¹. Ce débit d'air correspond à un fonctionnement optimal de l'enceinte, permettant une alimentation en excès des six sondes de prélèvement tout en maintenant une surpression interne minimale afin de ne pas perturber pas le bon fonctionnement des instruments temps réel, connectés sur les sondes.

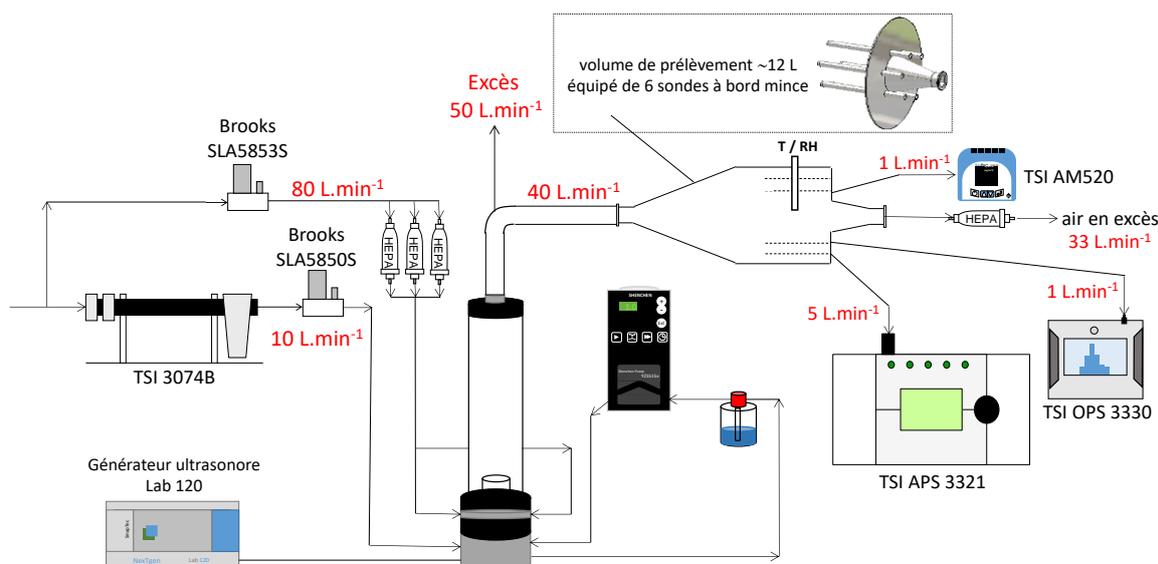


Figure 2. Schéma du banc d'essais utilisé pour l'étude du générateur à ultrasons SinapTec
Exemple pour un débit d'air de dispersion de 10 L.min⁻¹ et un débit d'air de séchage de 80 L.min⁻¹

Le débit d'air de dispersion était maintenu à 10 L/min. Le débit d'air d'entraînement a été modifié en fonction des essais, entre 50 et 160 L/min, le plus souvent pour faire varier la concentration massique de l'aérosol. Pour ces conditions de débit, le temps de passage que mettent les gouttelettes générées pour transiter dans le banc d'essais est 10 à 30 fois supérieur à leurs temps de séchage théorique qui est d'environ 1 s. La vitesse de rotation de la pompe péristaltique a été modifiée en fonction des essais pour atteindre des débits liquides entre 0,1 et 1 L.h⁻¹.

2.3. Instruments de mesure aérosols

Les distributions granulométriques des aérosols générés ont été mesurés avec un COP TSI OPS 3330 (1 L.min⁻¹) et un spectromètre TSI APS 3321 (5 L.min⁻¹). Comme le diamètre équivalent en volume des particules revêt un intérêt particulier dans le cas du générateur à ultrasons, les distributions granulométriques en masse et les diamètres médians en masse ont principalement été exploités. Des essais complémentaires ont permis une caractérisation des aérosols de CsCl avec deux impacteurs en cascade : Dekati DLPI+ (10 L.min⁻¹) et TSI Mini-MOUDI 135-8 (2 L.min⁻¹). Les concentrations massiques des aérosols générés ont été estimées avec un photomètre TSI AM520 (1 L.min⁻¹).

3. RESULTATS ET DISCUSSION

163 essais valides de génération, d'une durée comprise entre ~15 min et 220 min, ont été réalisés (112 pour des aérosols de NaCl et 51 pour des aérosols de CsCl).

La Figure 3a synthétise les diamètres modaux des distributions granulométriques mesurées par l'OPS 3330 pour 60 essais expérimentaux (sur 112 au total pour NaCl) et les compare aux diamètres théoriques (masse volumique de 2160 kg.m⁻³, diamètre de gouttelettes générées de 25 µm pour une fréquence de résonance ultrasonique voisine de 80 kHz). On constate logiquement que plus la concentration massique de la solution de NaCl est importante, plus le diamètre optique modal équivalent en masse mesuré par l'OPS3330 est élevé (courbes ajustées avec le logiciel Multi-Instrument Manager – Tritscher et al., 2015). Le générateur permet donc bien de produire une variété d'aérosols présentant des diamètres médians équivalents en masse (en volume) compris entre environ 1 et 8 µm pour NaCl. Ce mode « optimal » de fonctionnement est atteint pour une plage restreinte d'amplitude délivrée par le générateur ultrasonore, le plus souvent comprise entre 40 et 55 %, correspondant à une fréquence de résonance ultrasonique mesurée pouvant varier entre 79,5 et 81,7 kHz. Ce mode « optimal » est généralement associé à des concentrations massiques entre 0,2 et 2 mg.m⁻³ (TSI AM520). A titre illustratif, les Figures 3a et 3b montrent deux exemples de distributions granulométriques en masse d'aérosols de NaCl mesurées avec l'OPS 3330. Au cours de ces essais, la valeur du débit de liquide a varié entre 0,1 et 1 L.h⁻¹, sans qu'une influence particulière de ce paramètre ne soit observée.

Pour les 52 autres essais expérimentaux (sur 112 au total pour NaCl), le générateur à ultrasons produisait des aérosols dans un mode de fonctionnement qualifié de « dégradé » : les distributions granulométriques des particules restent tout à fait intéressantes et exploitables pour les activités de recherche en laboratoire mais elles ne correspondent plus à ce qui est théoriquement attendu.

Les aérosols présentant un diamètre modal < 5 µm possédaient le plus souvent un écart-type géométrique 1,2 < σ_g < 1,6 alors que ceux présentant un diamètre modal > 5 µm possédaient le plus souvent un σ_g > 1,6.

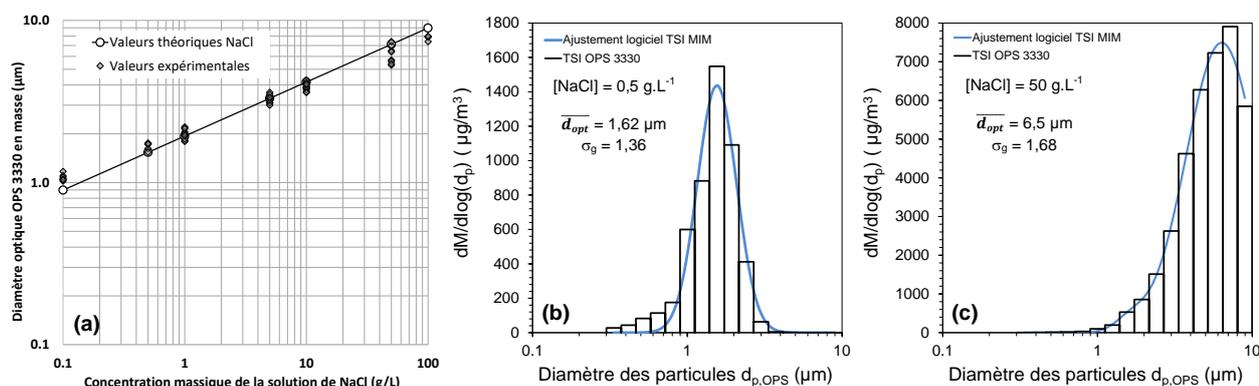


Figure 3. (a) diamètre modal en masse des particules de NaCl en fonction de la concentration massique de la solution
 ○ 7 valeurs théoriques pour $\rho_p = 2160 \text{ kg}/\text{m}^3$, $d_g = 25 \mu\text{m}$ et $Fr = 80 \text{ kHz}$ entre 0,1 et 100 g/L
 ◇ 60 valeurs expérimentales mesurées avec l'OPS 3330 à partir des distributions granulométriques en masse
 (b) et (c) exemples de distributions granulométriques en masse d'aérosols de NaCl mesurées avec l'OPS 3330

Des résultats similaires, jugés également satisfaisants, ont été observés pour CsCl. A titre d'exemple, la Figure 4 présente un exemple de distributions granulométriques en masse d'un aérosol de CsCl en fonction du diamètre aérodynamique des particules ($[\text{CsCl}] = 100 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ – $d_{ae \text{ modal}} \approx 4,2 \mu\text{m}$), sous forme d'histogrammes tracés pour l'APS et pour les impacteurs en cascade Mini-MOUDI 135-8 et DLPI+. On constate une bonne corrélation entre les trois histogrammes : le diamètre modal et la polydispersion de l'aérosol sont estimés correctement et de manière homogène par les 3 instruments.

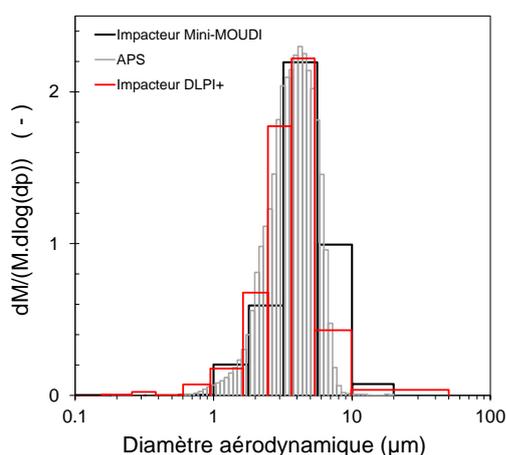


Figure 4. Distribution granulométrique en masse d'un aérosol de CsCl (moyenne sur 210 min)

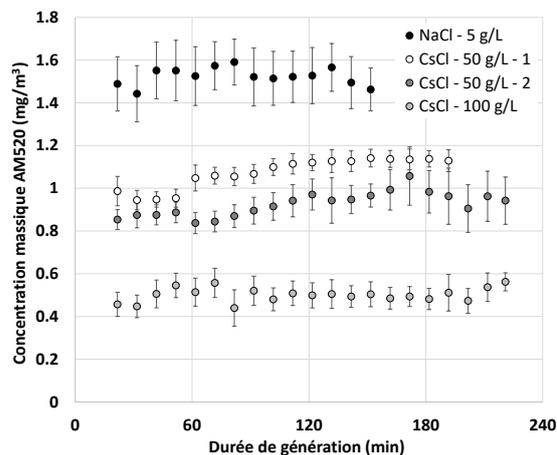


Figure 5. Exemples de stabilité du générateur avec des solutions de NaCl ou de CsCl pendant 150 à 220 min

L'emploi d'environ 400 mL de solution saline bien homogénéisée permet de générer des aérosols stables en distribution granulométrique en masse ($CV < 2\%$) et en concentration massique ($CV < 10\%$ - Figure 5) pendant $\geq 3 \text{ h}$. Pour une concentration massique de solution donnée, la reproductibilité des propriétés d'un précédent aérosol reste possible, mais rarement avec les mêmes valeurs d'amplitude ou de débit de liquide que celle d'un précédent essai et généralement au prix d'une recherche de ces nouveaux paramètres de $\sim 15 \text{ min}$. Par ailleurs, le nettoyage du générateur après une journée d'essais s'avère fastidieuse et chronophage.

4. CONCLUSIONS

Le générateur par ultrasons va désormais être utilisé dans des essais de laboratoire pour étudier et comparer les performances d'instruments optiques à lecture directe vis-à-vis de la concentration massique des aérosols. Le générateur permettra par exemple de tester une approche intéressante consistant à produire des aérosols de différentes natures / propriétés (NaCl, CsCl, KCl, CdI_2 , etc.) ou de différentes distributions granulométriques (diamètres modaux entre 1 et 10 μm) à une même concentration massique cible. Le générateur constitue un nouvel outil pérenne disponible dans notre laboratoire et vient compléter l'éventail des générateurs utiles aux travaux de recherche sur les aérosols en santé-travail.

5. REFERENCES

Chen B.T., Fletcher R.A., Cheng Y.-S. (2011) Chapter 21 in P. Kulkarni, P.A. Baron & K. Willeke (Ed.) - Aerosol Measurement: Principles, Techniques and Applications. Third edition. New Jersey, John Wiley & Sons Inc.
 Tritscher T., Koched A., Han H.-S., Filimundi E., Johnson T., Elzey S., et al (2015) J Phys Conf Ser 617 012013
 Witschger O., Gensdarmes F., Bau S., Bianchi B. (2011). INRS Occupational Health Research Conference 2011: Risk associated to nanoparticles and nanomaterials. Nancy, France, 05-07/04.