



Etude INRS

## **PERFORMANCES DES APPAREILS DE PROTECTION RESPIRATOIRE FILTRANTS VIS-À-VIS DES NANOPARTICULES**

### **SYNTHESE :**

L'Institut national de recherche et de sécurité (INRS) a réalisé une étude sur l'efficacité des appareils de protection respiratoire en cas d'exposition professionnelle aux nanoparticules.

En parallèle des discussions scientifiques actuelles sur la nécessité de réévaluer à la baisse les valeurs limites d'expositions professionnelles de certaines nanoparticules, la question de la protection individuelle respiratoire à mettre en œuvre dans le cas de ces expositions se pose. Cette étude a permis de développer un banc de test des appareils de protection respiratoire vis-à-vis d'une exposition à des nanoparticules modèles dans des conditions variables de rythme respiratoire.

Les résultats montrent que l'efficacité de ces appareils est d'autant plus élevée que la taille des particules est faible, en dessous de 100 nm, et que l'ensemble des appareils disponibles sur le marché (du demi-masque filtrant à la cagoule à ventilation assistée) permettent de répondre à une grande variété de situations d'expositions professionnelles à des nanoparticules.

Deux paramètres qui peuvent dégrader la protection respiratoire ont été mis en évidence. Le premier est le rythme respiratoire qui, s'il est élevé comme dans le cas d'activités physiques intenses, peut entraîner une baisse d'efficacité des appareils filtrants à pression négative et une baisse d'autonomie de certains appareils à ventilation assistée fonctionnant à la demande à pression positive. Le second est l'ajustement du masque au visage qui doit être optimal et adapté à chaque porteur, ce qui a conduit à la rédaction d'un guide dédié à la réalisation des tests d'ajustement.

## 1 - EXPOSÉ DES MOTIFS ET OBJECTIFS

Cette étude s'est inscrite dans la thématique nanomatériaux de l'INRS, axe NM(M) 3 « Proposer et promouvoir des approches et des outils de prévention pour les entreprises et les laboratoires » avec, pour principal objectif, de définir des moyens de protection respiratoire appropriés vis-à-vis d'une exposition à des nanoparticules. Dans le cadre de cette thématique transversale, cette étude a été menée en parallèle des développements au sein de l'INRS, d'autres axes de recherche en toxicologie et métrologie avec des échanges réguliers avec les différents experts de ces domaines.

Cette étude s'inscrit également dans le cadre des travaux du Laboratoire de Filtration et d'Adsorption, unité mixte avec le Laboratoire Réaction et Génie des Procédés, et fait suite à deux thèses. La première, soutenue par G. Mouret en 2008, avait mis en évidence expérimentalement que l'efficacité de filtration des médias fibreux utilisés dans les filtres des dépoussiéreurs industriels ou ceux utilisés dans les filtres de ventilation générale (type H13 par exemple) augmentait au fur et à mesure que la taille des particules diminuait en dessous de 100 nm. Les mécanismes de filtration mis en œuvre dans le cas de la capture de nanoparticules (diffusion brownienne et forces électrostatiques principalement) étaient à l'origine d'un très haut niveau d'efficacité de certains médias filtrants. Ces travaux ont également montré que l'apparition d'une fuite dans un média filtrant créait une chute de l'efficacité de filtration de celui-ci d'autant plus importante que l'efficacité du média neuf était élevée. Ces constats expérimentaux ont également été faits dans la thèse de C. Brochot <sup>1</sup>, qui a travaillé sur des appareils de protection respiratoire (APR) filtrants de type demi-masque élastomère équipés d'un filtre de type P3.

## 2 - METHODOLOGIE

### 2.1. Développement d'un banc d'essai : PRORESPI

Le cahier des charges pour la conception de ce banc d'essai s'est inspiré, dans un premier temps, des travaux de Brochot qui avait conçu un banc de test des APR vis-à-vis d'un aérosol monodispersé de NaCl. Par ailleurs, dans le cadre de la thématique « nanoparticules », les équipes de l'INRS avaient édité plusieurs guides pour la conception des laboratoires qui accueillent des activités de manipulation de nanomatériaux et qui ont servi à la conception des moyens de protection collective de ce banc d'essai <sup>2</sup>.

Une photo de l'installation PRORESPI est fournie figure 1. Le double confinement est bien illustré sur cette photo sur laquelle apparaît l'enceinte en dépression permanente à l'intérieur de laquelle se trouve la veine d'essais où circulent les nanoparticules.

---

<sup>1</sup> BROCHOT C. - Filtration des nanoparticules - Application aux appareils de protection respiratoire. Thèse de l'Université de Lorraine, soutenue le 11 mai 2012.

<sup>2</sup> INRS - Nanomatériaux, Prévention des risques dans les laboratoires. INRS, ED 6115, 2012.

INRS - Nanomatériaux, Ventilation et filtration de l'air des lieux de travail. INRS, ED6181, 2014.

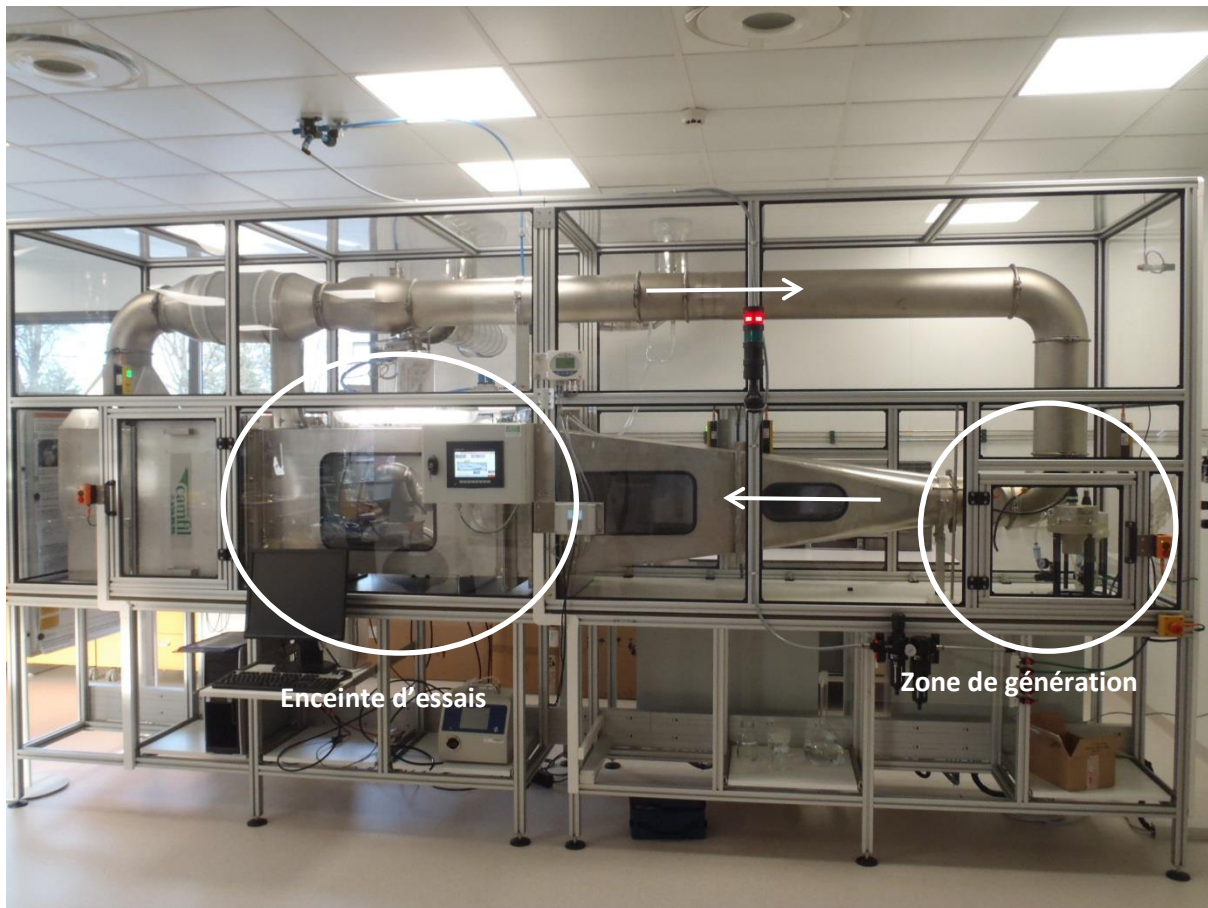


Figure 1 : Banc d'essai PRORESPI - Vue d'ensemble

Le banc d'essai présente deux zones principales, une zone de génération à l'intérieur de laquelle se trouvent les deux générateurs utilisés et une enceinte de test à l'intérieur de laquelle se trouve l'APR en test. Le débit d'air qui circule dans la veine a été dimensionné afin que des conditions d'air calme soient obtenues dans l'enceinte de test (vitesse en avant de la tête inférieure à 0,4 m/s). Des mesures de vitesse d'air sur toute sa section ont validé cette condition.

La figure 2 présente les éléments situés à l'intérieur de l'enceinte de test : la tête factice sur laquelle l'APR est positionné pour l'essai et le poumon artificiel permettant de créer des cycles respiratoires variables.

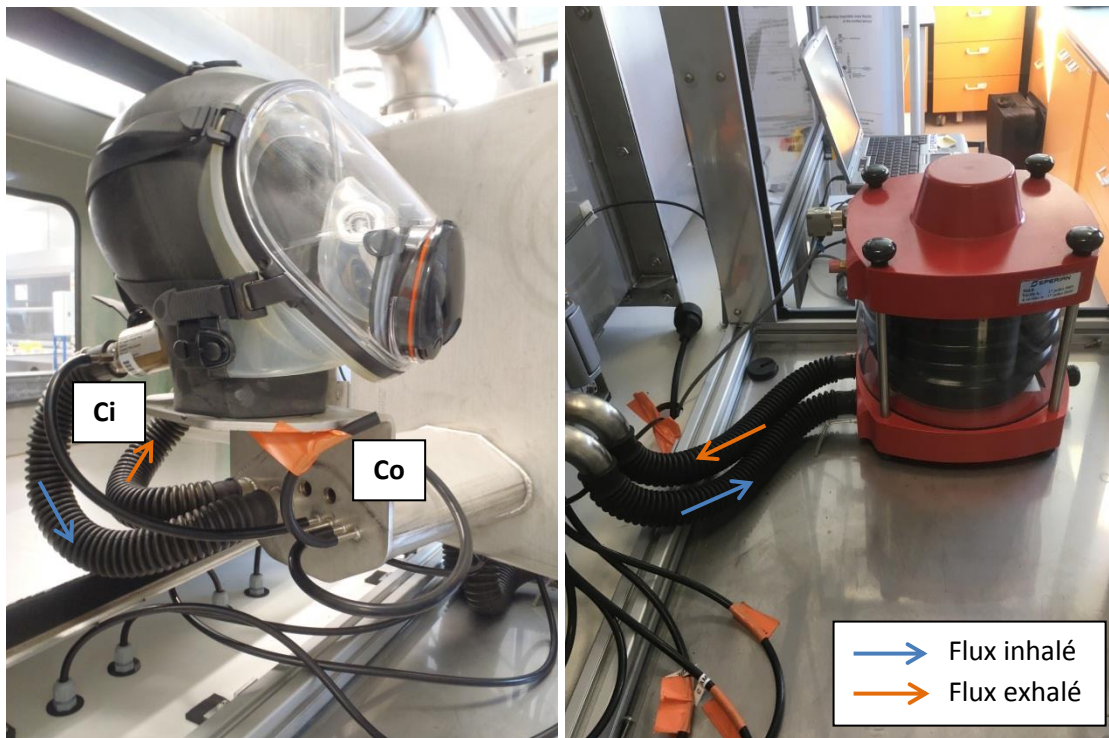


Figure 2 : Tête factice et machine à respirer  
 $C_o$  = concentration en particules à l'extérieur de l'APR  
 $C_i$  = concentration en particules à l'intérieur de l'APR

## 2.2. Protocole expérimental

Les grandeurs physiques permettant la caractérisation des performances d'un appareil de protection respiratoire sont les concentrations en nanoparticules  $C_o$  à l'extérieur de l'APR dans la sphère respiratoire de la tête et  $C_i$  à l'intérieur de l'APR au niveau de la bouche. Plusieurs moyens expérimentaux peuvent être déployés pour mesurer ces concentrations et permettre l'obtention de concentrations en nombre ou en masse. La difficulté du choix de ces moyens de mesure réside dans le fait qu'à l'intérieur de l'APR le niveau de concentration peut être extrêmement bas, ce qui nécessite la mise en œuvre d'appareils avec un seuil de détection très faible.

Un granulomètre Nanoscan (TSI model 3910) a finalement été choisi pour ces mesures. Doté d'un compteur de particules à noyau de condensation, sa sensibilité est à l'échelle de la particule. De plus, il est équipé d'un sélecteur électrique permettant de déterminer ces concentrations pour treize plages de tailles de particules comprises entre 10 nm et 420 nm.

Après mise en route de la ventilation dans la veine d'essais et du cycle respiratoire avec la machine à respirer, des mesures de blanc sont réalisées sur toute la gamme granulométrique à l'intérieur de l'enceinte (Co,blanc) et à l'intérieur du masque (Ci,blanc) avant de démarrer la génération. Une fois la concentration en aérosol stabilisée dans l'enceinte, la concentration ambiante initiale (Co,ini) est mesurée, puis la concentration dans le masque (Ci). Enfin, un contrôle de la concentration ambiante est réalisé en mesurant à nouveau ce paramètre (Co,fin). Le profil de concentration mesuré est donc du type de celui illustré figure 3.

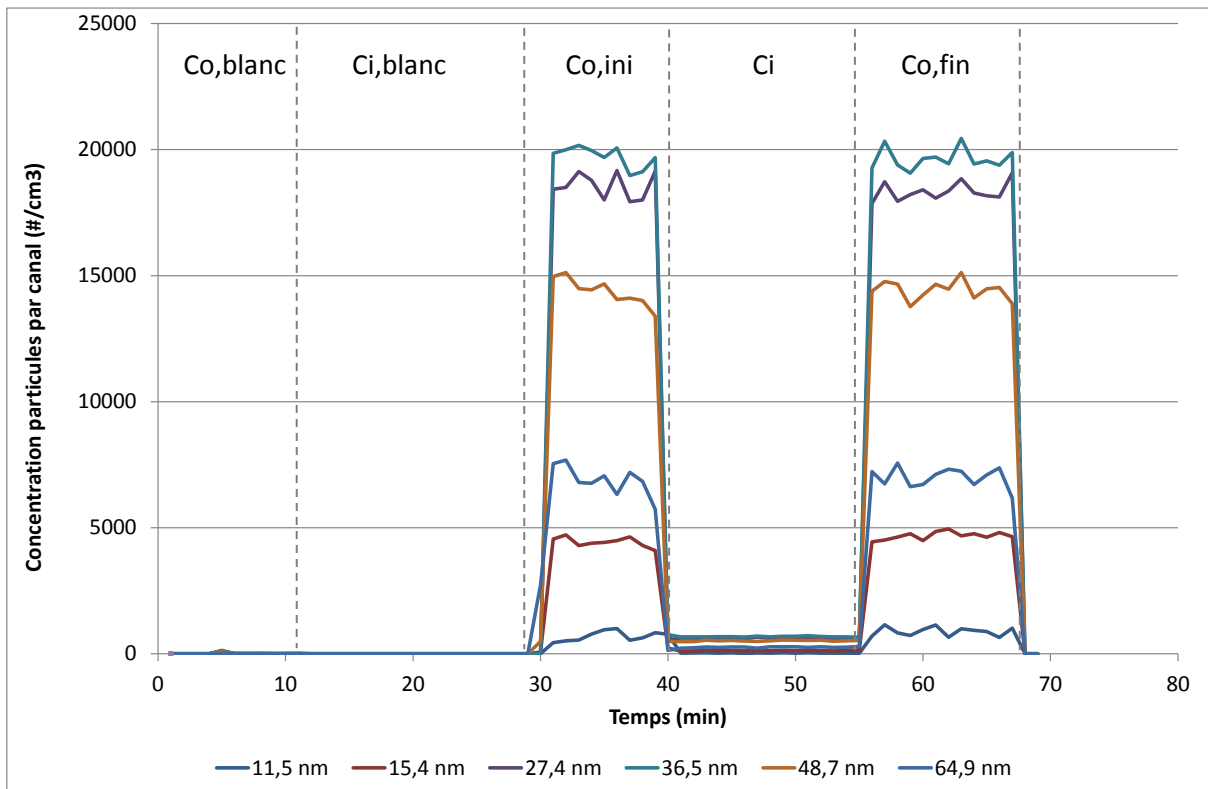


Figure 3 : Plages d'acquisition de données au Nanoscan (TSI) au cours d'un essai - Exemple d'un demi-masque filtrant

A partir de ces données, le rapport de concentration  $Co/Ci$  pour chaque classe granulométrique est déterminé ainsi que son incertitude. Ce sont ces données, comparables en termes de grandeur physique aux facteurs de protection des APR, qui seront exploitées dans l'étude pour caractériser les performances des APR.

En parallèle de ces mesures de concentration, l'aéroulque au sein de la pièce faciale de l'APR est suivie par l'intermédiaire d'un capteur de pression relative positionné à l'intérieur de celle-ci. Les valeurs de pression relative moyenne, minimale et maximale, toutes deux moyennées sur dix cycles respiratoires minimums, sont exploitées. Une illustration de ces données avant exploitation est présentée figure 4.

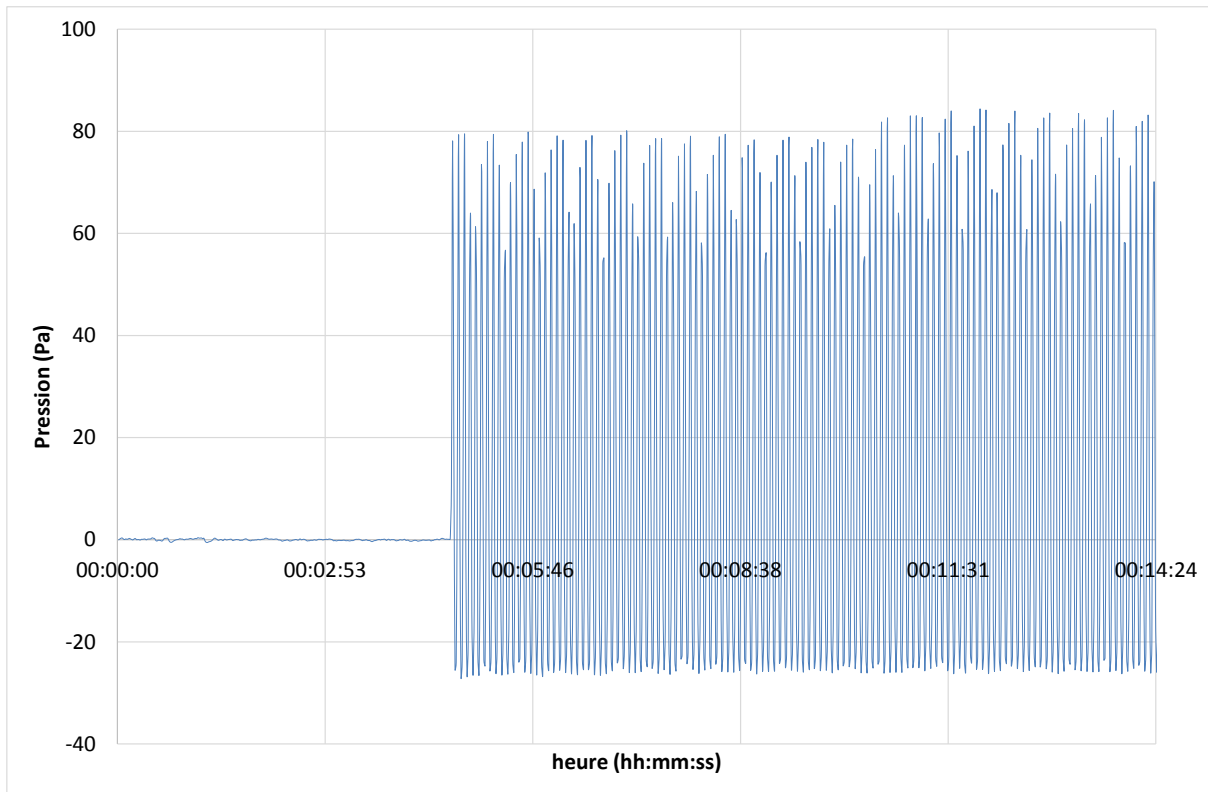


Figure 4 : Suivi de la pression relative au sein de la pièce faciale -  
Exemple d'un demi-maque filtrant

## 2.3. Paramètres étudiés

### 2.3.1. Le type d'appareil de protection respiratoire

Différents types et modèles d'APR filtrants ont été évalués. Ils peuvent être regroupés en deux familles : les APR avec ajustement de la pièce faciale, comme les masques complets, et ceux sans ajustement, comme les cagoules. Leurs caractéristiques sont données dans le tableau 1.

APR n°	Type d'APR	Norme de certification	Facteur de protection Nominal (EN 529)	Facteur de Protection Assigné (EN 529, ED 6106)
1	Demi-masque filtrant FFP2	EN 149	12	10
2	Demi-masque filtrant FFP3	EN 149	50	10
3	Demi-masque réutilisable + filtre P3	EN 140	48	10
4		EN 140	48	10
5	Masque complet + filtre P3	EN 136	1000	30
6		EN 136	1000	30
7	Demi-masque à ventilation assistée	EN 12942	2000	40
8	Masque complet à ventilation assistée	EN 12942	2000	60
9	Cagoule à ventilation assistée TH3P	EN 12941	500	40
10		EN 12941	500	40

Tableau 1 : Caractéristiques des APR filtrants testés

Plusieurs critères de choix ont été retenus pour établir cette liste d'APR : avoir deux modèles de chaque type d'APR testé, intégrer dans l'étude les APR utilisés à l'INRS pour des opérations de maintenance d'installation mettant en œuvre des nanomatériaux et intégrer des APR nouvellement arrivés sur le marché.

### 2.3.2. Le rythme respiratoire

La machine à respirer est constituée d'un piston dont la fréquence et le volume d'air transmis sont réglables. Le mode de déplacement du piston choisi permet de simuler des cycles respiratoires sinusoïdaux dont les courbes (débit ventilatoire en fonction du temps) sont illustrées figure 5. Les paramètres caractéristiques de ces cycles respiratoires, notamment le débit moyen ventilatoire et le débit de pointe, sont fournis dans le tableau 2, ainsi que le rythme de travail associé et qui est défini selon la norme ISO DIS 8996 (1987)<sup>3</sup>.

<sup>3</sup> HORWAT F., MEYER J.P. - Débit ventilatoire de travail. Documents pour le médecin du travail, n°76, 4<sup>ème</sup> trimestre 1998, pp. 343-350, 1998.



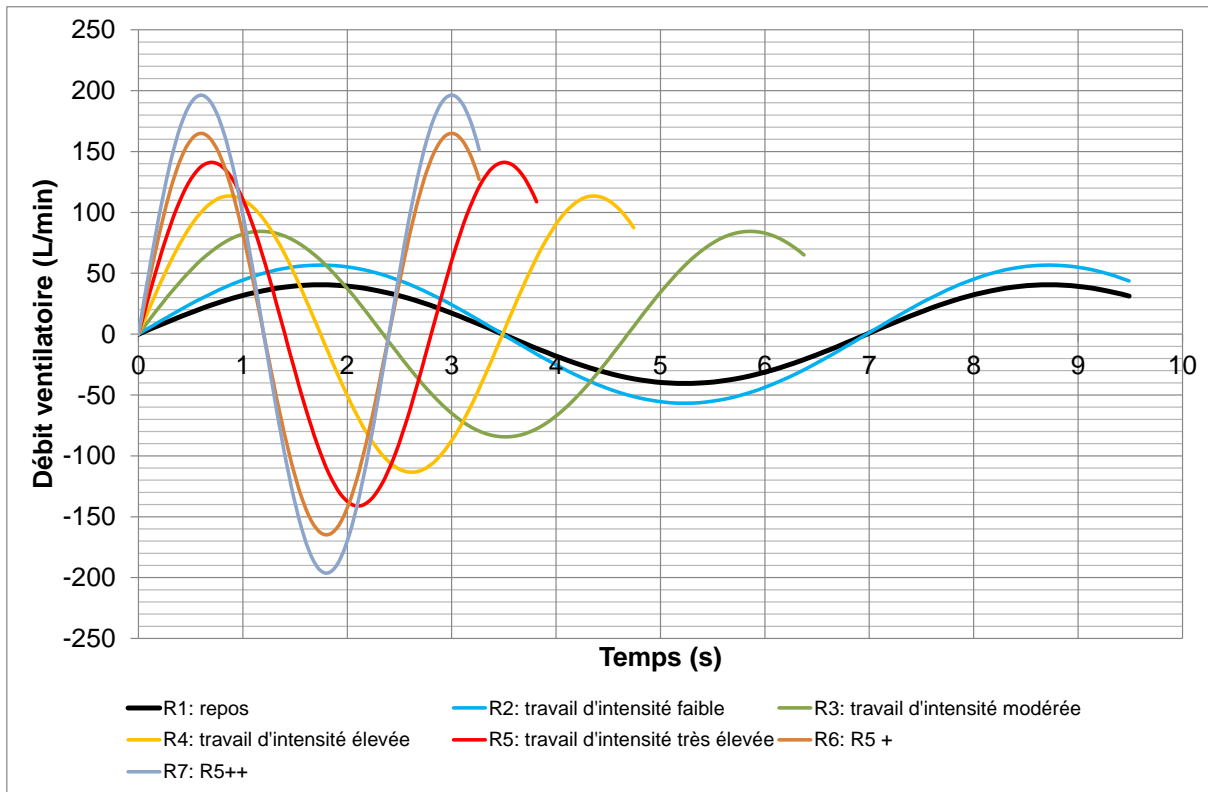


Figure 5 : Illustration des cycles respiratoires simulés par la machine à respirer

Respiration n°	Niveau d'activité de travail (ref. Horwat, 1998)	Débit ventilatoire moyen (L/min)	Débit moyen inhalé (L/min)	Débit de pointe (L/min)
R1	Repos	12,9	25,8	41
R2	Travail d'intensité faible	18,1	36,1	57
R3	Travail d'intensité modérée	26,9	53,8	84
R4	Travail d'intensité élevée	36,1	72,2	113
R5	Travail d'intensité très élevée	44,9	89,9	141
R6	<i>Non défini</i>	52,5	105	165
R7	<i>Non défini</i>	62,5	125	196

Tableau 2 : Paramètres caractéristiques des cycles respiratoires sinusoïdaux simulés

### 2.3.3. La pose du masque sur la tête

Paramètre essentiel dans la garantie d'un niveau de protection respiratoire minimal, la pose du masque est un paramètre qui a varié au cours des essais. La difficulté réside dans la caractérisation de cette pose. Celle-ci s'est faite par l'utilisation d'un appareil dédié, le Quantifit (OHD), et du protocole de test d'ajustement fourni avec cet appareil (figure 6).





Figure 6 : Montage pour l'essai d'ajustement au Quantifit

Cet appareil fournit un coefficient d'ajustement déterminé par le rapport du débit de fuite sur le débit inhalé simulé. Les valeurs de coefficient d'ajustement et de débit de fuite déterminé par le test au Quantifit ont été exploitées par la suite pour caractériser la pose d'un masque. Les limitations de l'appareil et l'utilisation qui en a été faite sur tête factice ont fait que des données pertinentes n'ont été obtenues essentiellement que pour des masques complets.

### 2.3.4. La granulométrie des particules

Les expériences ont été menées avec des aérosols polydispersés. Pour cela, deux types de générateur ont été utilisés :

- le nébuliseur PALAS AGK2000 qui permet de produire un aérosol de NaCl polydispersé par nébulisation d'une solution aqueuse de NaCl à 1% ;
- le générateur Mini CAST 5201C qui produit des suies polydispersées par combustion de propane. Les paramètres choisis de fonctionnement de l'appareil correspondent au Point Opérateur n° 1 du générateur.

Les distributions granulométriques des aérosols générés, mesurées dans l'enceinte de test au moyen d'un Fast Mobility Particle Sizer (TSI 8091), sont présentées figures 7 et 8, respectivement pour le NaCl et les suies.

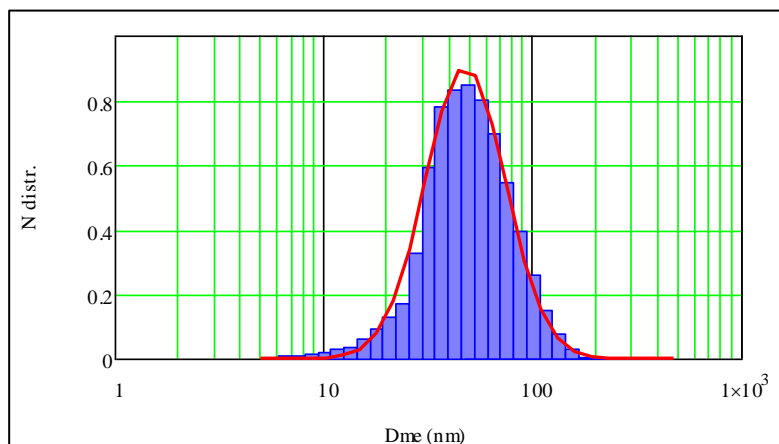


Figure 7 : Distribution granulométrique de l'aérosol de NaCl  
Loi lognormale (rouge) - moyenne géométrique = 47,9 nm ; écart-type géométrique = 1,56

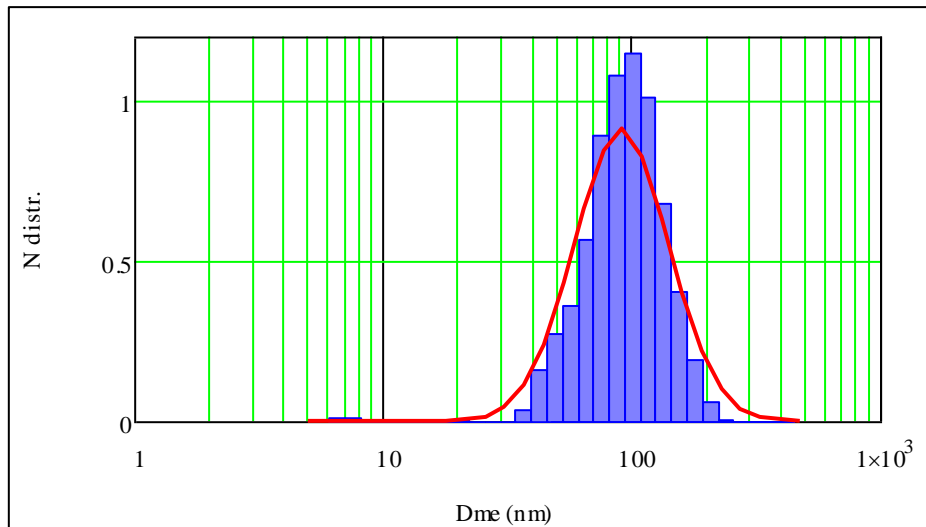


Figure 8 : Distribution granulométrique de l'aérosol de suie  
Loi lognormale (rouge) - moyenne géométrique = 91,2 nm ; écart-type géométrique = 1,55

### 2.3.5. La morphologie des particules

Les mesures de performances des différents types d'APR obtenus sur l'aérosol modèle et isométrique de NaCl ont été comparées à celles obtenues vis-à-vis des aérosols de suie qui présentent une morphologie de type agrégat tel qu'illustré figure 9.

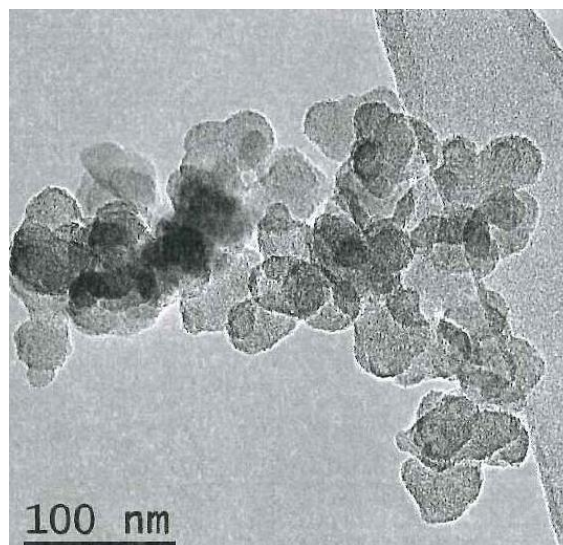


Figure 9 : Observation au microscope électronique d'aérosols de suie

Des mesures de la densité apparente de ces suies, au sein de l'enceinte qui accueille la tête factice sur le banc Prorespi, selon un protocole décrit par Charvet<sup>4</sup> ont permis de caractériser ces

<sup>4</sup> CHARVET A., BAU S., PAEZ COY N., BEMER D., THOMAS D. - Characterizing the effective density and primary particle diameter of airborne nanoparticles produced by spark discharge using mobility and mass measurements (tandem DMA/APM). J. Nanopart. Res., 16, 2418, 11 p., 2014.

agrégats, de montrer que ces données étaient cohérentes avec les observations au microscope électronique réalisées à l'INRS et avec les données de la littérature<sup>5</sup>, mais aussi de montrer que l'aérosol de suie ainsi généré est représentatif d'émissions de particules ultrafines rencontrées en milieu industriel telles que les fumées diesel par exemple<sup>6</sup>

### 3 - RESULTATS

#### 3.1. Effet du type d'APR, de sa pose et de la taille des particules

La figure 10 représente les résultats obtenus en laboratoire sur différents appareils de protection respiratoire pour un cycle respiratoire donné (n°3) et un aérosol de NaCl sur la plage de taille 20 nm – 120 nm.

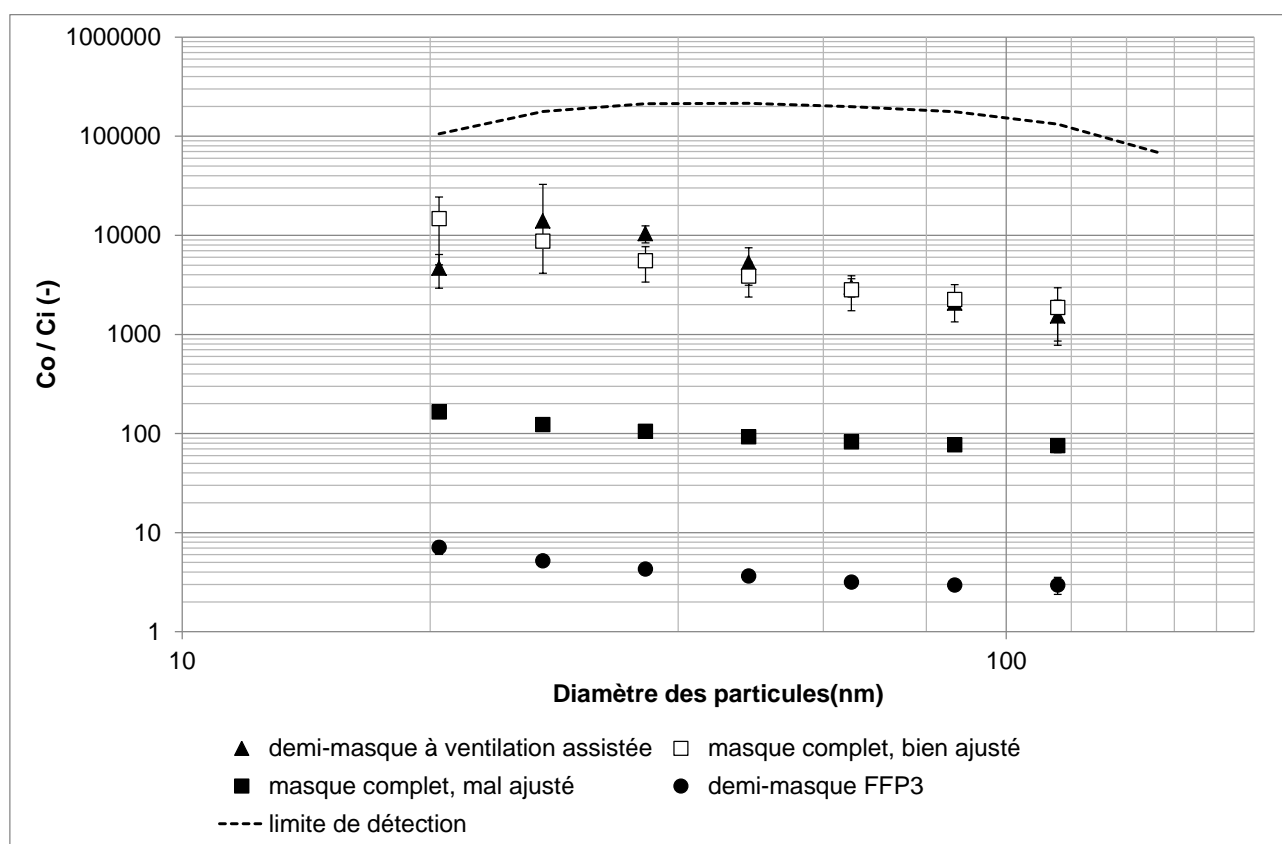


Figure 10 : Comparaison des performances de différents types d'APR sur tête factice animée d'un cycle respiratoire R3 vis-à-vis d'un aérosol de NaCl

<sup>5</sup> CHARVET A., BAU S., PAEZ COY N., BEMER D., THOMAS D. - Characterizing the effective density and primary particle diameter of airborne nanoparticles produced by spark discharge using mobility and mass measurements (tandem DMA/APM). J. Nanopart. Res., 16, 2418, 11 p., 2014.

<sup>6</sup> DURDINA L., LOBO P., TRUEBLOOD M., BLACK E., ACHTERBERG S., HAGEN D., BREM B., WANG J. - Response of real-time black carbon mass instruments to mini-cast soot. Aerosol Science and Technology, vol. 50, n°9, pp. 906-918, 2016.

Les résultats présentés figure 10 montrent que le niveau de protection évalué en laboratoire (Co/Ci) est très variable d'un type d'APR à l'autre, mais que la plage de niveau de protection couverte par ces APR est vaste. Cette information permet d'envisager des recommandations en termes d'APR pour différents niveaux d'exposition et différentes toxicités d'aérosols.

Il apparaît également sur la figure 10 que le niveau de protection augmente avec la diminution de la taille des particules. Ce résultat est en accord avec la théorie de filtration des aérosols qui présente le mécanisme de diffusion brownienne comme prédominant dans la capture des particules nanométriques.

L'influence de l'ajustement d'un masque respiratoire filtrant à pression négative a pu être mise en évidence en associant sur une même pose de masque respiratoire la caractérisation des fuites au visage au moyen du protocole au Quantifit et la mesure du niveau de protection en laboratoire. Les deux poses du masque complet, indiquées dans la figure 10 ont été caractérisées par leur coefficient d'ajustement FF et le débit de fuite associé, mesurés au Quantifit, dont les valeurs sont données dans le tableau 3.

Pose n°	1	2
Coefficient d'ajustement mesuré FF	29	1500
Débit de fuite calculé (mL/min)	1820	36

Tableau 3 : Caractéristiques des différentes poses du masque complet

L'exemple illustré par la figure 10 montre qu'un rapport de 100 peut être obtenu entre le facteur de protection d'un masque complet bien ajusté et celui du même masque mal ajusté vis-à-vis de particules de 50 nm de diamètre. L'ajustement de la pièce faciale sur le visage du porteur constitue un paramètre essentiel à la garantie d'un bon niveau de protection. Les recommandations actuelles, à l'échelle internationale, sont que l'ajustement d'un masque complet est considéré comme bon si le test, réalisé au Quantifit (protocole Redon associé), fournit un résultat de 500 en coefficient d'ajustement<sup>7</sup>. Dans l'exemple illustré figure 10, ce seuil de réussite du test d'ajustement n'est atteint que pour la pose 2.

### 3.2. Effet de la respiration

Les niveaux de protection, définis par le rapport Co/Ci, sont représentés sur la figure 11 pour un masque complet équipé d'un filtre P3 et bien ajusté et pour trois cycles respiratoires caractéristiques du repos, d'une respiration moyenne et d'une respiration intense (respectivement R1, R3 et R5). En parallèle de ces données la pression relative dans le masque est indiquée.

<sup>7</sup> ED 6273 INRS Appareils de Protection Respiratoires – Réaliser des tests d'ajustement

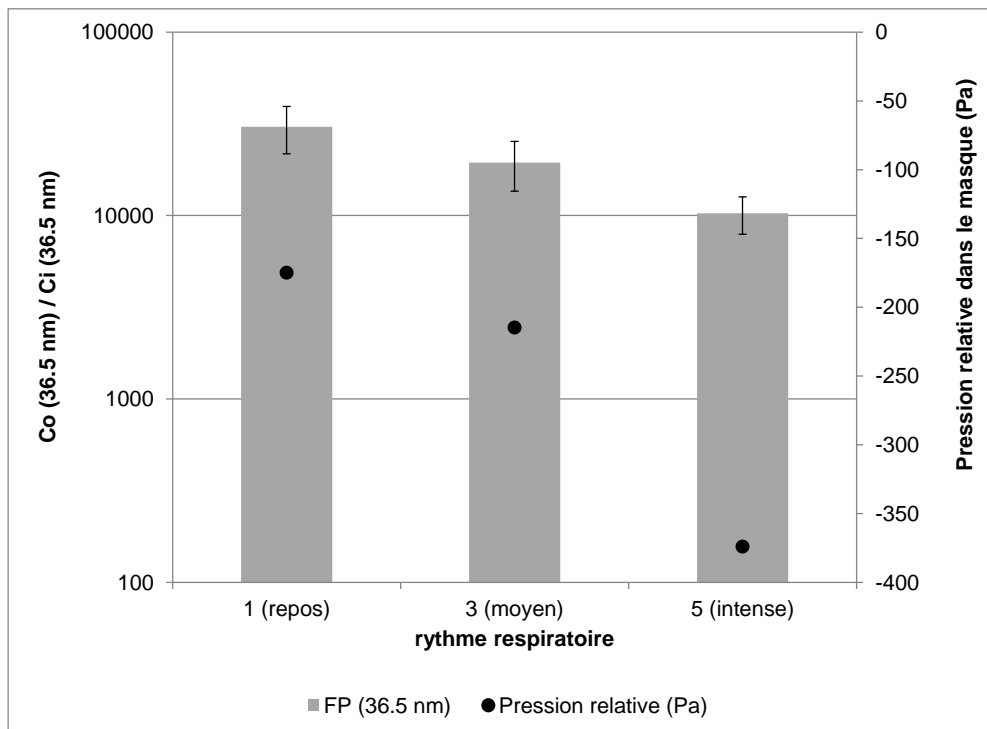


Figure 11 : Niveau de protection obtenu sur PRORESPI en fonction du cycle respiratoire pour un masque complet équipé d'un filtre P3 , bien ajusté (FF = 1235)

L'effet du rythme respiratoire est notable pour ce masque complet bien ajusté. L'augmentation du débit respiratoire entraîne une diminution du facteur de protection. Ceci peut s'expliquer par deux phénomènes : la dépression dans le masque étant plus forte, cela peut favoriser le passage de l'air pollué par les fuites aux visages et d'autre part, l'efficacité d'un filtre P3 diminue avec l'augmentation du débit filtré.

### 3.3. Effet de la morphologie des aérosols

Comme indiqué au paragraphe 2.3.5., deux types d'aérosol ont été générés et les performances des différents appareils ont été comparées pour ces deux types d'aérosol. La principale différence entre ces deux types d'aérosol est la morphologie de ceux-ci.

Les performances obtenues sur différents types de masque, dans les mêmes conditions de pose et de cycle respiratoire, vis-à-vis des deux types d'aérosol, sont synthétisées figure 12 sous la forme d'un diagramme de parité.

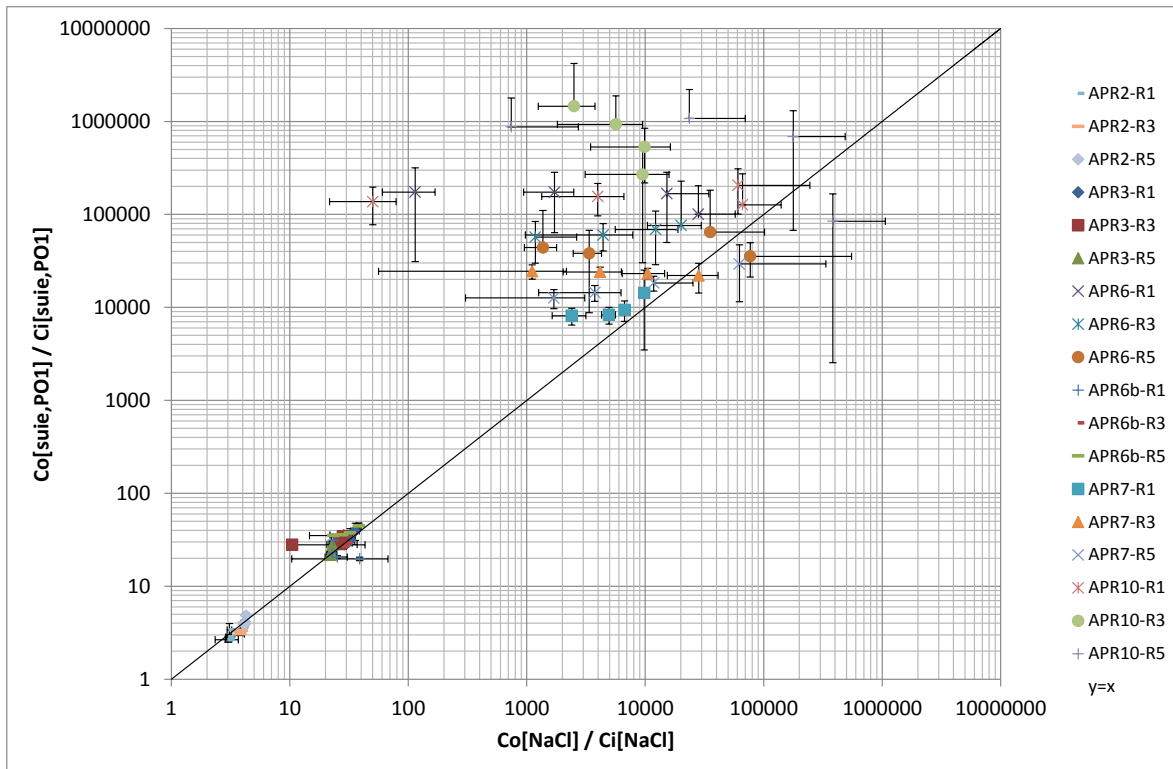


Figure 12 : Comparaison des ratio  $Co(dp)/Ci(dp)$  pour les deux types d'aérosol et différents APR

APR n°	Type d'APR
2	Demi-masque filtrant FFP3
3	Demi-masque réutilisable + filtre P3
6 (6b = pose non ajustée)	Masque complet + filtre P3
7	Demi-masque à ventilation assistée
10	Cagoule à ventilation assistée

Les résultats présentent une bonne concordance entre les performances des APR filtrants à pression négative présentant des fuites au visage importantes et des ratio  $Co(dp)/Ci(dp) < 100$  (APR2, APR3 et APR6b mal ajusté). Par contre, pour des ratio  $Co(dp)/Ci(dp) > 1000$ , les APR présentent de meilleures performances vis-à-vis des suies par rapport aux particules modèles de NaCl. Dans ces cas, les mécanismes de filtration (diffusion et interception) sont prédominants par rapport à la pénétration à travers les fuites. Ces résultats sont en accord avec les données de la littérature qui montrent, par exemple, que l'efficacité de filtration de différents médias fibreux vis-à-vis des nanotubes de carbone ou vis-à-vis d'agglomérats de nanoparticules est supérieure à celle mesurée vis-à-vis de particules monodispersées sphériques<sup>8</sup>. Néanmoins, cet écart a été observé pour de fortes vitesses de filtration (jusque 10 cm/s) et/ou des diamètres de particules équivalents en mobilité électrique supérieurs à 100 nm. Si l'écart existe dans nos essais,

<sup>8</sup> WANG J. - Effects of particle size and morphology on filtration of airborne nanoparticles. KONA, Powder and Particle Journal, n°30, pp. 256-266, 2013.

LANGE R., FISSAN H., SCHMIDT-OTT A. - Predicting the Collection Efficiency of Agglomerates in Fibrous Filters. Part. Part. Syst. Charact. 16, pp. 60-65, 1999.

il reste relativement faible si l'on tient compte des très fortes incertitudes de mesure des ratio  $Co(dp)/Ci(dp)$  lorsque ceux-ci dépassent la valeur de 10000.

La conclusion de ces essais comparatifs est que la réalisation de tests sur aérosols modèles de NaCl permet d'obtenir des niveaux de performances des APR qui peuvent être extrapolés au cas des agglomérats de nanoparticules, à diamètre de mobilité électrique équivalent.

#### 4 - DISCUSSION ET CONCLUSION

De nombreux travaux sont actuellement publiés pour proposer de nouvelles valeurs limites d'exposition professionnelle à certaines nanoparticules<sup>9</sup>. Toutes vont dans le sens d'une réduction de l'exposition à ces nanoparticules. En parallèle de ces recommandations, des mesures d'exposition en situation de travail rapportent des situations très variables qui peuvent dépasser ces valeurs limites recommandées (cas des expositions à des nanotubes de carbone qui dépassent systématiquement la plus basse des valeurs limites recommandée égale à  $0,67 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ) ou rester généralement en dessous, comme c'est le cas des expositions au  $\text{TiO}_2$  nanométrique pour lequel le NIOSH recommande une valeur limite à  $300 \mu\text{g}/\text{m}^3$ <sup>10</sup>.

Les mesures réalisées lors de cette étude ont permis de montrer que, en l'état actuel des connaissances, de nombreuses réponses de protection respiratoire pouvaient être apportées à ces situations d'exposition aux nanoparticules. L'étude de l'influence de la taille des particules a confirmé les conclusions des travaux de la littérature sur APR filtrants avec une augmentation de la protection respiratoire avec la diminution de la taille des particules en dessous de 100 nm. Enfin, il a été montré que la prise en compte du porteur était essentielle dans la garantie d'un niveau de protection respiratoire minimum en situation de travail. Outre le fait qu'un mauvais ajustement de la pièce faciale de l'APR conduit à une dégradation très forte de la protection respiratoire, les efforts physiques constituent également un critère à prendre en compte dans le choix de l'APR. En effet, une augmentation du rythme respiratoire peut dégrader les performances des APR filtrants bien ajustés.

Enfin, il est important de rappeler que les valeurs numériques présentées ne peuvent en aucun cas servir de valeurs de facteur de protection assigné. Déterminées en laboratoire, elles ne donnent pas une image du niveau de protection qui pourrait être attendu en situation de travail. L'étude a montré que les niveaux de protection, définis comme le rapport de Co sur Ci, étaient meilleurs vis-à-vis de particules nanométriques que vis-à-vis de particules de diamètre supérieur à 100 nm. Les facteurs de protection assignés, critères recommandés aujourd'hui pour le choix d'un APR, sont donc toujours valables vis-à-vis des nanoparticules.

---

<sup>9</sup> MIHALACHE R., VERBEEK J., GRACZYK H., MURASHOV V., VAN BROEKHUIZEN P. - Occupational exposure limits for manufactured nanomaterials, a systematic review. *Nanotoxicology*, Vol. 11, n° 1, pp. 7-19, 2017.

<sup>10</sup> CHAZELET S., FONTAINE J.R., BINET S., GATE L., HEDELIN G., MALARD S., RICAUD M., ROUSSET D., WITSCHGER O. – Dioxyde de Titane nanométrique : de la nécessité d'une valeur limite d'exposition professionnelle, *Hygiène et Sécurité du Travail*, n° 242, pp. 46-51, mars 2016.