

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise

Objectifs

Une fois la stratégie de prélèvement établie et l'intervention programmée, il est nécessaire de lister le matériel, notamment les dispositifs de prélèvement adaptés. La préparation de ce matériel est très importante ; les dispositifs de prélèvement demandent une attention particulière.

Liste du matériel	3
Dispositifs de prélèvements.....	3
<i>Prélèvements passifs.....</i>	<i>3</i>
Conditionnement des tubes.....	3
<i>Prélèvements actifs par pompage</i>	<i>3</i>
Tubes	4
Cassettes.....	4
Barboteurs	11
Dispositifs combinés.....	12
Cyclones	13
CIP10.....	14
C.A.Th.I.A.....	15
Blancs de terrain et blancs de laboratoire.....	15
Mesure de la perte de charge	15
Pompes	16
<i>Entretien des pompes</i>	<i>17</i>
Stabilité du débit des pompes	17
Justesse des pompes	17
Test de compensation des pertes de charges.....	17

Etanchéité	18
Préparation des pompes avant intervention	18
Debitmètres	18
Bibliographie	18
Auteurs	19
Historique	19

LISTE DU MATERIEL

- ▶ Pompes de prélèvement
- ▶ Débitmètres, tachymètres,
- ▶ Protège-tube ou protège-cassette
- ▶ Harnais ou ceinture pour les prélèvements individuels
- ▶ Matériel de signalisation et sécurisation sur site
- ▶ Appareils de lecture des données physiques
- ▶ Dispositifs de prélèvement

Les dispositifs de prélèvement sont choisis selon la nature physico-chimique de la ou des substances à prélever. La base de données MétroPol (<http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol.html>) indiquera exactement quel dispositif est nécessaire. Chaque type de dispositif demande une préparation adaptée. Les dates limites d'utilisation des dispositifs, précisées par les fabricants doivent être impérativement respectées. Chaque série de prélèvements sera accompagnée de blancs de terrain. Il s'agit du même dispositif qui suit le même parcours que ceux prélevés excepté la phase de prélèvement.

DISPOSITIFS DE PRELEVEMENTS

PRELEVEMENTS PASSIFS

Ces prélèvements (<http://www.inrs.fr/dms/inrs/pdf/metropol-prelevement-gaz-vapeur-passif.pdf>) se font sans l'aide d'une pompe, sur des badges ou des tubes. Lorsque le dispositif de prélèvement est réutilisable, comme pour la désorption thermique, un conditionnement pour nettoyer le support de toute pollution est nécessaire.

Conditionnement des tubes

Les tubes sont conditionnés sous une atmosphère inerte à haute température pour éliminer par désorption toute trace de polluant présent sur le support. Ce conditionnement peut être réalisé sur le désorbiteur thermique ou à l'aide d'un dispositif dédié. Un débit proche de 50 mL/min de gaz inerte traverse le tube chauffé pendant 15 minutes minimum, dans le sens inverse de celui du prélèvement. Le débit de gaz est maintenu pendant la phase de refroidissement. La température de reconditionnement est indiquée par le fabricant. Après le conditionnement les bouchons Swagelok® sont mis en place et le tube conservé à l'abri de toute pollution.

PRELEVEMENTS ACTIFS PAR POMPAGE

Les dispositifs de prélèvement sont accompagnés d'une pompe qui permet le déplacement actif de l'air à travers le support de collecte. Selon la substance, le dispositif sera différent et nécessitera une préparation adaptée.

Tubes

Il en existe une grande variété avec des tailles différentes, contenant une ou deux plages de support de collecte et choisis en fonction de la méthode de prélèvement de la substance recherchée. Ces méthodes sont décrites dans MétroPol (<http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol.html>). Il est conseillé d'utiliser des tubes commerciaux, plus stables, plus répétables et exempts de pollution. Dans de rares cas, la confection des tubes devra se faire en laboratoire.

► Préparation d'un tube en laboratoire

La taille du tube et la nature du substrat sont décrits dans la méthode MétroPol proposée pour la substance à prélever.

- Introduire dans le tube du coton de verre ou de la laine de Téflon[®] de façon à former un tampon d'environ 1/2 cm à l'extrémité du tube.
- Former la plage de prélèvement désirée en versant, à l'aide d'une mesure doseuse et d'un entonnoir, x mg du support choisi.
- Introduire un deuxième tampon de coton de verre ou laine de Téflon[®].
- Ajouter si nécessaire une deuxième plage de support.
- Maintenir la deuxième plage en introduisant un troisième tampon de coton de verre.
- Boucher les tubes des deux côtés et les étiqueter. Le sens du prélèvement sera repéré par une flèche sur chaque tube.
- Vérifier que la perte de charge induite par le tube rempli n'altère pas le fonctionnement de la pompe au débit préconisé.
- Conserver les tubes à l'abri de toute contamination

Cassettes

Il existe des cassettes de prélèvement dans le commerce prêtes à l'emploi. Cependant, les cassettes porte-filtre peuvent aussi être assemblées en laboratoire en fonction de la ou des substances à prélever. (<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette.pdf>) Différents supports de collecte peuvent être insérés dans ces cassettes, notamment des membranes ou des filtres vierges ou imprégnés ou encore des capsules. Les compositions des cassettes sont décrites dans les méthodes MetroPol. Certains dispositifs nécessitent une pré-pesée des filtres, d'autres une vérification rigoureuse des filtres, d'autres encore un traitement particulier.

► Technique d'imprégnation d'un filtre

Dans le cas de prélèvement de **substances minérales**, les solutions d'imprégnation sont préparées dans de l'eau. Les membranes ou filtres à imprégner sont déposés sur un support, une pièce intermédiaire ou la partie inférieure de la cassette. Un volume de 500 µL de solution d'imprégnation est déposé sur le filtre qui sera ensuite séché, soit à l'étuve, soit sous sorbonne. Les compositions des solutions et conditions de séchage sont précisées dans les méthodes [MétroPol](#).

Dans le cas de prélèvement de **substances organiques**, les solutions d'imprégnation sont préparées dans des solvants organiques. Les filtres sont trempés dans ces solutions individuellement puis déposés sur un support comme la partie intermédiaire d'une cassette et séchés à température ambiante sous courant d'azote, sous sorbonne. Les compositions de solutions d'imprégnation sont décrites dans les méthodes [MétroPol](#).

► Contrôle des filtres

Dans le cas du dosage de l'amiante par exemple, il est nécessaire de vérifier la qualité des filtres de prélèvement. Au moins un filtre pour chaque boîte de 100 devra être vérifié. Aucune fibre ne devra être détectée pour 15 ouvertures de grilles. Dans le cas contraire, il est nécessaire de rechercher la source de contamination.

- ▶ Pré-pesée des filtres
 - Opérations préalables

Dans le cas de l'utilisation de filtres et de cassettes :

Débarrasser, si nécessaire, les filtres des éventuelles bavures ou résidus provenant de leur fabrication, par un léger brossage au pinceau.

Préparer le nombre de cassettes nécessaires. S'il s'agit de cassettes déjà utilisées antérieurement, celles-ci devront être lavées et séchées. Pour les cassettes neuves, vérifier l'absence de bavure et tapoter systématiquement toutes les parties supérieures et inférieures sur le plan de travail afin de les éliminer.

Les membranes en PVC subissent un traitement préalable afin d'éliminer les charges électrostatiques développées en surface qui peuvent être responsables d'une sous-estimation des particules collectées. Les étapes suivantes sont réalisées :

- a. Préparer une solution de tensioactif (Triton X100) à 0,1 % dans de l'eau déionisée. Verser cette solution dans un cristalliseur et immerger les filtres un par un avec une pince en présentant la tranche perpendiculairement à la surface du liquide.
- b. Laisser tremper ½ heure
- c. Sortir les filtres et les sécher entre deux buvards ne libérant pas de fibres sous une hotte à flux laminaire pendant au moins 4 heures
- d. Terminer le séchage à l'étuve à 50°C pendant au moins 4 heures
- e. Mettre les filtres en cassette ou dans les boîtes de Pétri et les conditionner au moins 12 heures dans le local de pesée. Entrouvrir les cassettes (ou les boîtes de Pétri) pour permettre l'établissement d'un équilibre avec l'atmosphère.
 - Pesée des substrats

Avant la pesée de chaque substrat, s'assurer que la balance est à zéro et procéder à son réglage si nécessaire.

Neutraliser les charges électrostatiques pour chaque filtre membrane ou chaque capsule en matière électrostatique. Cette phase n'est pas obligatoire en cas d'utilisation de filtres en fibre de quartz ou en fibre de verre ou de cassettes internes métalliques.

Peser chaque substrat et enregistrer la valeur affichée après amortissement des oscillations (30 s ou 1 min après stabilisation de la balance). Toujours intercaler la pesée de substrats servant de blancs de terrain dans la série de pesée des autres substrats. Par exemple, pour une boîte de 10 substrats, réaliser les séquences suivantes : 1 2 8 3 4 9 5 6 10 7 ou 1 8 2 3 4 9 5 6 7 10, où les substrats 8, 9 et 10 sont des substrats blancs de terrain.

► Assemblage des cassettes et méthodes de vérification de l'étanchéité

Les cassettes sont ensuite assemblées en suivant la méthode [MétroPol](#) et en manipulant les filtres et membranes avec une pince. Pour les prélèvements en cassette fermée, il faut s'assurer de l'étanchéité du dispositif. Plusieurs méthodes existent :

- Méthode 1 : détection de fuites externes (uniquement de l'extérieur vers l'intérieur)

Pour les filtres avec une faible perte de charge (par exemple filtres en fibre de verre ou de quartz) réaliser le montage suivant. (Figure 1)

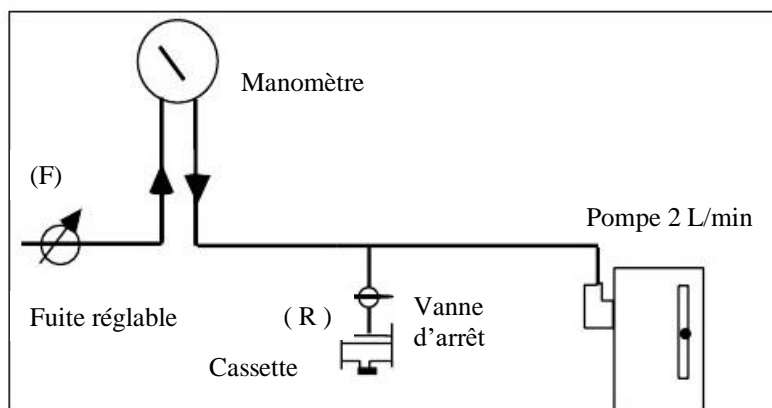


Figure 1 : montage pour une cassette à faible perte de charge

Régler la pompe à environ 2 L/min. La vanne d'arrêt (R) étant fermée, régler à l'aide de la vis de fuite (F) la dépression à environ 50 cm de colonne d'eau. Bien repérer la position de l'aiguille du manomètre.

Brancher à la vanne d'arrêt (R), par son orifice inférieur une cassette munie de son bouchon supérieur.

Ouvrir la vanne d'arrêt (R). La dépression chute, puis remonte. Lorsque le dispositif est revenu à l'équilibre, la position de l'aiguille du manomètre devra être la même que lorsque la vanne d'arrêt (R) est fermée.

Noter le résultat du contrôle.

Le montage représenté sur la figure 2 ci-dessous peut également être utilisé.

Dans ce cas, un léger vide est appliqué à l'aide d'une pompe manuelle et l'indication du manomètre est repérée.

S'il y a un défaut d'étanchéité de la cassette, la dépression diminue rapidement. Dans ce cas, il faut alors comprimer la cassette une nouvelle fois et recommencer la vérification. Ecarter la cassette si le résultat n'est toujours pas satisfaisant.



Figure 2 : pompe à vide manuelle

Remarque importante

La méthode de vérification n°1 ne permet pas de s'assurer de l'absence de fuites à l'intérieur de la cassette. Ces fuites (Figure 3) sont décrites dans plusieurs publications [1, 2], ainsi que dans un des chapitres théoriques du manuel de méthodes analytiques du NIOSH (NMAM) [3]. Les défauts d'étanchéité peuvent avoir une influence notable sur le résultat final de concentration ; ils sont à l'origine d'une perte de particules qui auraient dû être collectées par le filtre et qui, au lieu de cela, ont été entraînées vers l'aval du filtre. La cause principale est l'établissement de vitesses d'air élevées, plusieurs m/s, au travers de ces fuites et qui sont bien supérieures aux vitesses de filtration qui s'établissent sur la surface du filtre. Cette perte de masse dans l'échantillon à analyser conduit à une sous-estimation des concentrations mesurées pouvant atteindre plusieurs dizaines de pour cent. Plus le défaut d'étanchéité est important, plus la quantité de particules qui transitent vers l'aval du filtre et la perte de masse dans l'échantillon analysé sont grandes. Certaines de ces particules manquantes sont rejetées vers la pompe, d'autres peuvent se retrouver dans le pad support qui est placé en dessous du filtre de collecte. La sous-estimation des concentrations peut intervenir quelle que soit la méthode d'analyse pratiquée (gravimétrique, chimique, microbiologique, etc.) puisque la cause est la perte de polluant particulaire dans l'échantillon au cours du prélèvement.

Les méthodes 2 et 3, décrites ci-dessous, permettent de mettre en évidence ces fuites et de détecter des cassettes défectueuses. Elles peuvent être utilisées en routine pour valider la préparation de chaque lot de cassettes et/ou utilisées ponctuellement pour valider un protocole d'assemblage de cassettes.

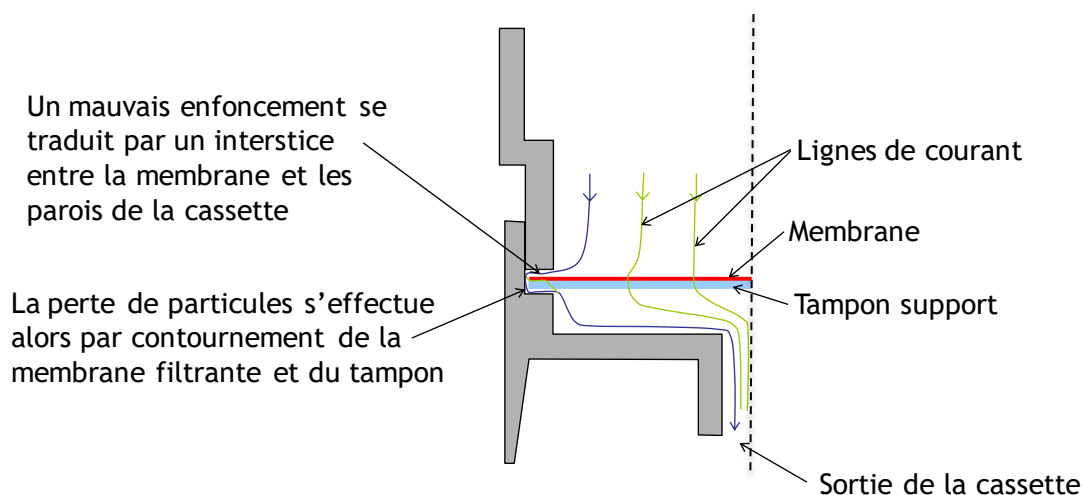


Figure 3 : Schéma illustrant les lignes de courant empruntées par les particules lorsque l'étanchéité interne de la cassette fermée n'est pas parfaite. (voir <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette.pdf>)

- Méthode 2 : détection de fuites internes par mesure de la dépression à l'aval de la cassette

Réaliser le montage présenté sur la figure 4, par exemple dans une hotte à flux laminaire. Relier l'orifice de sortie de la cassette à la pompe et insérer un manomètre dans le montage afin de mesurer la dépression engendrée à l'aval de la cassette.

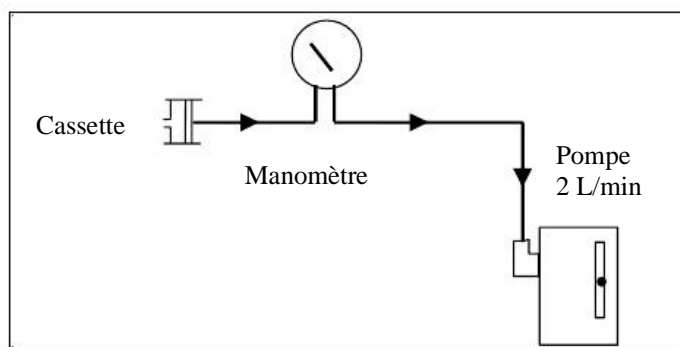


Figure 4 : Montage de détection des fuites internes par mesure de la dépression (méthode) 2

Allumer la pompe réglée, par exemple, à un débit de 2 L/min. Attendre la stabilisation du manomètre.

Pour chaque cassette du lot (idéalement), relever la dépression induite. Cette dépression peut varier en fonction de la nature, du diamètre, de l'épaisseur et de la compacité du filtre. Une dépression trop faible par rapport aux autres cassettes du lot peut être synonyme d'une étanchéité défectueuse ; il faut alors comprimer la cassette une nouvelle fois et vérifier la dépression. Si celle-ci reste trop faible, changer la cassette.

Les seuils d'alerte pourront être déterminés par chaque laboratoire avec son propre matériel et pour chaque type de filtre utilisé. A titre d'exemple, le tableau 1 synthétise des valeurs de dépression mesurées dans les laboratoires de l'INRS sur des lots de **cassettes fermées trois pièces en polystyrène transparentes** 25 mm et 37 mm assemblées avec une presse pneumatique (pression d'assemblage de 2 bars), à un débit de prélèvement de 2 L/min et pour différents types de filtres.

Filtre / membrane	Diamètre de pore (μm)	Diamètre de la cassette (mm)	Dépression mesurée à l'aval (Pa, $\pm 2 \times \text{écart-type}$)
Fibres de verre GF/B	1,0	37	- 780 \pm 20
Fibres de verre GF/C	1,2	25	- 1550 \pm 30
Fibres de quartz QMA	2,2	37	- 450 \pm 30
Membrane PVC GLA-5000	5,0	37	- 530 \pm 20
	5,0	25	- 900 \pm 40
Membrane en ester de cellulose	0,8	37	- 1040 \pm 20
	0,8	25	- 2570 \pm 50
Membrane en PTFE	5,0	37	- 1820 \pm 50
Membrane en polycarbonate	0,8	37	- 930 \pm 40

Tableau 1 : Exemples de valeurs de dépression mesurées à l'aval de cassettes fermées trois pièces en polystyrène transparentes assemblées avec une presse pneumatique (2 bars) pour un débit de 2 L/min. Les cassettes contenaient également un tampon de cellulose (sauf pour filtres en fibres de quartz QMA). Mesures réalisées avec un instrument FLUKE PPC4.

- Méthode 3 : détection de fuites internes par mesure de la perméance des cassettes avec un compteur de particules en temps réel

Cette méthode consiste à mesurer la concentration en nombre de particules à l'amont (sur l'air ambiant de la pièce) et à l'aval d'une cassette avec un compteur optique de particules (COP) ou un compteur à noyaux de condensation (CNC). Le nombre de particules mesurées dans l'air ambiant doit chuter de façon radicale lorsque l'air de la pièce dans laquelle est effectué le contrôle traverse la cassette à tester. Les mesures sont

effectuées alternativement avec et sans la cassette à tester à l'aide du montage de la figure 5. Le temps de stabilisation de la mesure, la durée d'acquisition, le nombre de répétition ou le nombre de cassettes testées au sein d'un lot devront être déterminés par chaque laboratoire. Le débit d'air dans la cassette correspond au débit de prélèvement du compteur de particules utilisé ; il peut donc être différent du débit réel auquel sera utilisée la cassette (2 L/min pour le prélèvement des poussières de bois ou 1,7 L/min pour le prélèvement de la fraction alvéolaire avec un cyclone Dorr-Oliver, par exemple).

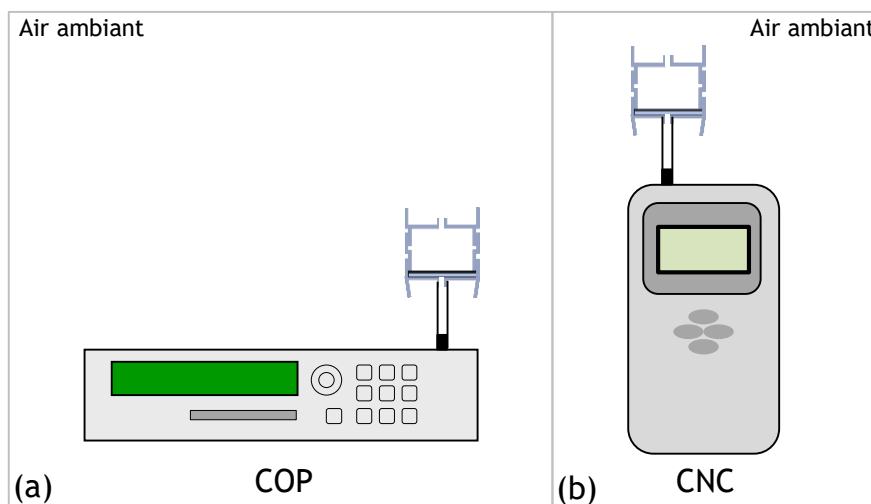


Figure 5 : Montage de détection des fuites internes par mesure de la perméance (méthode 3) avec un compteur optique de particules (a) ou un compteur à noyaux de condensation (b)

A partir des valeurs moyennes des concentrations mesurées, on définit la perméance (P) du dispositif qui est le rapport de la concentration en nombre à l'aval ($C_{N,aval}$) sur la concentration en nombre de l'air ambiant mesurée en amont ($C_{N,amont}$) :

$$P = \frac{C_{N,aval}}{C_{N,amont}} (-)$$

Une perméance égale à, par exemple, 10^{-4} (0,01%) signifie qu'une particule sur 10000 est transmise au travers du dispositif. Une perméance de 10^{-4} équivaut à une efficacité de collecte de 99,99%.

Un exemple de résultats des mesures de concentrations sur une cassette est fourni sur la figure 6.

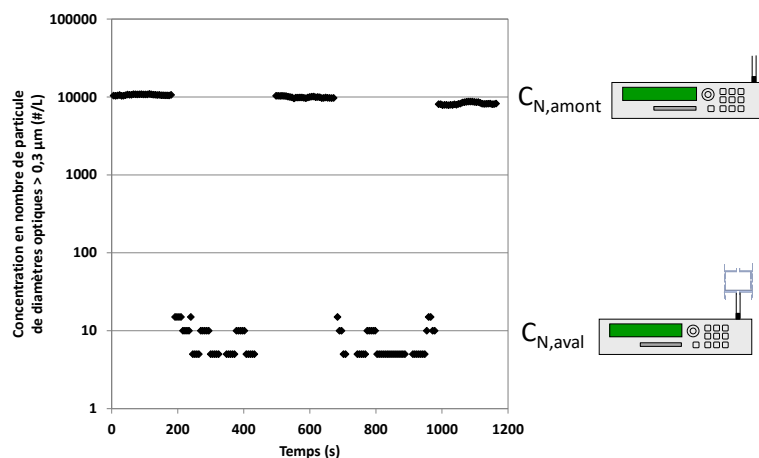


Figure 6 : Exemple de résultats des mesures de concentrations amont ($C_{N,amont}$) et aval ($C_{N,aval}$) pour une cassette en polystyrène transparente 37 mm (GLA-5000 PVC) avec un COP (particules > 0,3 µm) – 3 périodes d'acquisition sur l'air ambiant de 3 min chacune, alternées avec 2 périodes d'acquisition à l'aval de la cassette de 5 min chacune.

La valeur de perméance mesurée permet de se prononcer sur le niveau d'étanchéité de l'assemblage. Baron et al. [1-3] considéraient qu'une valeur de perméance inférieure à 0,002 (0,2%) correspondait à des cassettes dont l'assemblage était satisfaisant ; les pertes de masse par de potentielles fuites internes étaient considérées comme inférieures à 1%. A l'inverse, ils considéraient qu'une perméance supérieure à 0,01 correspondait à une cassette dont l'étanchéité interne était probablement défectueuse et pouvait entraîner des pertes de masse parfois supérieures à 5%. Au-delà des valeurs établies par Baron et al., la simple comparaison des perméances de cassettes issues d'un même lot permet d'identifier les cassettes présentant un défaut d'étanchéité car elles présentent une perméance significativement plus élevée que les autres correctement assemblées.

A noter que ce test d'étanchéité est rendu possible car les filtres utilisés classiquement pour le prélèvement des aérosols en hygiène industrielle sont très efficaces ; l'hypothèse que la pénétration de particules par le filtre est faible, voire nulle, peut donc être formulée. A l'inverse, des cassettes équipées de filtres trop peu efficaces ou présentant des diamètres de pores permettant le passage direct de très nombreuses particules ne peuvent pas être soumises au test d'étanchéité interne suivant la méthode 3 ou, en tout cas, pas avec les mêmes critères d'acceptation.

A titre d'exemple, le tableau 2 synthétise des valeurs de perméance mesurées dans les laboratoires de l'INRS sur des cassettes fermées trois pièces en polystyrène transparentes 25 mm et 37 mm assemblées de diverses manières, avec un COP présentant un débit de prélèvement de 1 L/min et pour différents types de filtres.

Filtre / membrane	Diamètre de pore (µm)	Diamètre de la cassette (mm)	Perméance mesurée (± 1 × écart-type)	Assemblage	Cassettes potentiellement non étanches
Fibres de verre GF/C	1,2	37	$1,3 \cdot 10^{-3} \pm 0,2 \cdot 10^{-3}$	presse pneumatique à 2 bars	aucune
		25	$2,0 \cdot 10^{-3} \pm 0,1 \cdot 10^{-3}$		
Fibres de quartz QMA	2,2	37	$7,0 \cdot 10^{-4} \pm 0,8 \cdot 10^{-4}$		
Membrane en ester de cellulose	0,8	37	$8,6 \cdot 10^{-4} \pm 0,4 \cdot 10^{-4}$		
		25	$1,5 \cdot 10^{-3} \pm 0,2 \cdot 10^{-3}$		
Membrane PVC GLA-5000	5,0	37	$4,3 \cdot 10^{-4} \pm 0,3 \cdot 10^{-4}$		
		25	$1,2 \cdot 10^{-3} \pm 0,1 \cdot 10^{-3}$		
Membrane PVC GLA-5000	5,0	37	$4,7 \cdot 10^{-4} \pm 0,7 \cdot 10^{-4}$	avec planche opérateur 1	aucune
			$7,6 \cdot 10^{-4} \pm 1,0 \cdot 10^{-4}$	avec planche opérateur 2	
Membrane PVC GLA-5000	5,0	37	de $3,4 \cdot 10^{-4}$ à 0,016	à la main opérateur 1	1 sur 5
			de $4,0 \cdot 10^{-4}$ à 0,035	à la main opérateur 2	1 sur 5
			de $3,5 \cdot 10^{-4}$ à 0,04	à la main opérateur 3	3 sur 5
			de $6,2 \cdot 10^{-4}$ à 0,01	à la main opérateur 4	2 sur 5

Tableau 2 : Exemples de valeurs de perméance mesurées pour des cassettes fermées en polystyrène transparentes assemblées avec une presse pneumatique (pression d'assemblage de 2 bars), ou à la main par différents opérateurs ou en s'aidant d'un objet plat « de type planche ». Mesures réalisées avec un COP TSI Model 3330 au débit de 1 L/min.

Les résultats du tableau 2 montrent que l'utilisation d'une presse pneumatique ou d'un objet permettant de développer une force d'appui importante et homogène sur toute la circonférence des pièces de la cassette conduisent à des assemblages satisfaisants, avec des perméances inférieures à $2 \cdot 10^{-3}$. Le pressage manuel est moins efficace et conduit à un nombre de cassettes défectueuses plus important. Les données du tableau 2 ne sont qu'illustratives car la valeur de perméance d'une même cassette peut varier en fonction du modèle et des performances du compteur de particules ou des caractéristiques de l'aérosol ambiant.

► Précaution particulière

En cas de prélèvement dans une atmosphère très empoussiérée, si la cassette doit être ouverte avant l'analyse (analyse gravimétrique par exemple), il est nécessaire de protéger l'extérieur de la cassette par la pose d'un ruban adhésif pour éviter une pollution de l'échantillon par les poussières pouvant pénétrer dans l'interstice malgré le lavage des parois externes. (Voir figure 4 pour le cas d'une cassette non protégée).

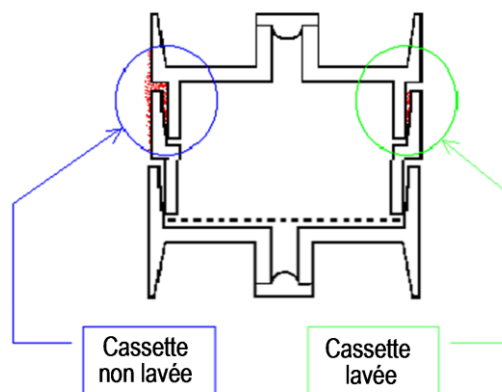


Figure 4 : cassette prélevée en milieu empoussiéré sans ruban adhésif

Barboteurs

Les prélèvements s'effectuent le plus souvent sur des dispositifs pratiques à transporter et peu gênants pour les travailleurs équipés. Cependant, pour certaines substances il n'existe pas de substrat de collecte solide adapté et leur prélèvement se fait par absorption dans un liquide. Dans ce cas, un dispositif appelé barboteur (figure 5) est rempli d'une solution réactive ou d'un solvant. La solution réactive est préparée en laboratoire, le barboteur est rempli sur le lieu de l'intervention. Lors du prélèvement le solvant s'évapore, il est donc indispensable de compenser par un ajout régulier de solvant dans le barboteur. En fin de prélèvement, la solution est récupérée et les tubulures rincées avec le solvant.

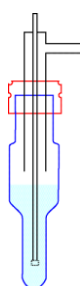


Figure 5 : barboteur

Dispositifs combinés

Certains prélèvements sont réalisés sur des dispositifs montés en série. L'exemple le plus courant est l'association d'une cassette (pour piéger les particules) et d'un tube (qui retient le gaz) permettant de prélever des mélanges gaz-particules. (Voir exemple sur figure 6).

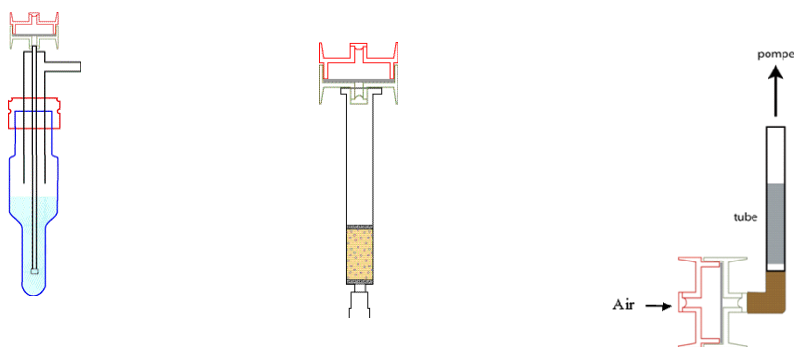


Figure 6 : Exemples de dispositifs combinés

Dans le cas d'une cassette suivie d'un tube il faut être sûr que le dispositif ne fuit pas. Pour cela, l'assemblage nécessite plusieurs petits matériels pour assurer la solidité de l'ensemble et son étanchéité (voir figure 7).



Figure 7 : Vue éclatée d'un exemple de dispositif combiné

Les cassettes sont préparées avant l'intervention et l'assemblage ne peut être fait que sur le lieu du prélèvement puisque les extrémités du tube doivent être brisées juste avant le prélèvement pour éviter toute pollution. Un dispositif est réservé au préréglage des pompes de prélèvement. Ces montages possèdent en général de fortes pertes de charge, les pompes choisies devront donc être capables de compenser ces pertes de charge au débit et temps de prélèvement préconisés dans les méthodes. Le contrôle de l'étanchéité sera fait selon la même méthode que les cassettes seules (voir figure 8).



Figure 8 : Assemblage avec pompe

Cyclones

Les cyclones (<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cyclone.pdf>) permettent de prélever les fractions alvéolaire ou thoracique de l'aérosol. Les particules sont sélectionnées et triées à l'intérieur du cyclone puis collectées sur une cassette connectée au dispositif (voir figure 9). Les supports de collecte dans les cassettes doivent être pré-pesés selon le protocole décrit au paragraphe « pré-pesée des filtres ». L'ensemble est relié à une pompe de prélèvement préréglée au débit nominal de fonctionnement du cyclone (1,7 L/min dans le cas du cyclone Dorr-Oliver® par exemple). La mesure du débit peut être effectuée avec la cassette seule en considérant que la perte de charge générée par le cyclone est négligeable en comparaison. Il peut être aussi envisagé de mesurer le débit en disposant le cyclone et la cassette dans une boîte étanche connectée entre la pompe et le débitmètre. Pour certains cyclones, le débit peut être mesuré sur l'ensemble cyclone + cassette (GK 2.69, RASCAL,) car ils disposent d'un orifice sur lequel peut être connecté un tube.



Figure 9 : cyclone relié à une pompe

CIP10

Le CIP10 est un dispositif intégrant un système d'aspiration par coupelle rotative et un sélecteur de fraction pour prélever les fractions inhalable, alvéolaire ou thoracique. La préparation de ce matériel se fait en deux étapes

► La pré-pesée des mousses et des coupelles

- Préparation des mousses

Les mousses en polyuréthane contenues dans les coupelles rotatives de prélèvement sont relativement sensibles à l'humidité de l'air ambiant sur le plan de leur stabilité massique. D'autre part, les mousses utilisées étant de fabrication industrielle, un soin particulier doit être apporté à leur lavage, préalablement à leur emploi.

Les mousses sont lavées dans de l'eau savonneuse tiède et pressées plusieurs fois pendant le lavage et les premiers rinçages. Rincer au moins 5 fois à l'eau ultra pure filtrée.

Remarque :

Si une analyse de silice cristalline doit être effectuée postérieurement à l'analyse gravimétrique, filtrer la dernière eau de rinçage sur une membrane et s'assurer de l'absence de silice sur celle-ci. Dans le cas contraire, continuer le lavage des mousses.

Laver séparément les coupelles avec leur couvercle.

Faire sécher les mousses et les coupelles à l'étuve en les plaçant à plat sur un plateau propre pendant environ 12 h à environ 50°C.

Placer les mousses propres dans les coupelles au moyen d'une pince.

Prévoir un certain nombre de coupelles qui ne seront pas utilisées mais serviront de blanc de terrain. En principe, utiliser au moins trois blancs pour 10 coupelles préparées.

Ouvrir les coupelles et placer le couvercle sous la coupelle ouverte. Les mettre pendant 4 h à l'étuve à 50°C. Conditionner ensuite les coupelles par un séjour d'une nuit dans le local de pesée (les coupelles avec leur couvercle seront pesées avec les mousses).

- Pesée des coupelles avec les mousses

Avant la pesée de chaque coupelle, s'assurer que la balance est à zéro et procéder à son réglage au besoin.

Neutraliser les charges électrostatiques pour chaque coupelle.

Peser chaque coupelle repérée et enregistrer la valeur affichée après amortissement des oscillations

(30 s ou 1 min après stabilisation de la balance).

Intercaler la pesée des coupelles servant de témoins dans la série de pesée des autres

coupelles. Par exemple, pour une boîte de 10 coupelles, réaliser les séquences suivantes : 1 2 8 3 4

9 5 6 10 7 ou 1 8 2 3 4 9 5 6 7 10 où les coupelles 8, 9 et 10 sont des coupelles témoins.

► Le réglage du débit

Le réglage du débit des CIP10 (<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cip10.pdf>) est effectué en laboratoire en modifiant la vitesse de rotation du moteur, l'appareil étant relié à un dispositif de compensation de perte de charge. Selon la fraction recherchée, le CIP 10 est réglé soit à 7 L/min soit à 10 L/min.

Un tachymètre permet de contrôler la vitesse de rotation pendant l'intervention.

C.A.Th.I.A.

Le dispositif à point fixe C.A.Th.I.A (<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cathia.pdf>) (Capteur Alvéolaire, Thoracique et Inhalable d'Aérosols) permet de prélever au choix l'une des trois fractions d'aérosol conventionnelles liées à la santé sur une cassette porte filtre à fort débit.

Avant intervention et dans le cas de détermination pondérale, les filtres destinés à être utilisés pour les prélèvements avec des dispositifs C.A.Th.I.A. doivent être pré-pesés comme décrit dans le paragraphe « pré-pesée des filtres ».

BLANCS DE TERRAIN ET BLANCS DE LABORATOIRE

Lors de séries de prélèvements et quel que soit le type de dispositif utilisé, il faut s'assurer de l'absence de pollution annexe. Pour cela il est nécessaire de réaliser au moins un blanc de terrain : il doit être identifié, conditionné et transporté de la même façon que les dispositifs de prélèvement. Il doit donc être ouvert sur le lieu de prélèvement au début de la série de prélèvements et refermé immédiatement avec le même système de fermeture que les dispositifs prélevés. Il sera analysé en même temps que les échantillons prélevés et qu'un blanc de laboratoire.

Le blanc de laboratoire subit les mêmes traitements d'analyse que les dispositifs prélevés ; il permet de détecter une pollution qui proviendrait uniquement de l'analyse. Tout résultat trouvé pour le blanc de laboratoire supérieur à la limite de quantification analytique, sera pris en compte lors du calcul final des concentrations mesurées.

A l'exception des analyses gravimétriques, les résultats des blancs de terrains ne seront pas pris en compte dans le calcul final des concentrations mesurées.

Pour le prélèvement de certaines substances, la règle des blancs est différente. Elle est alors décrite dans la méthode MétroPol.

MESURE DE LA PERTE DE CHARGE

Certains dispositifs peuvent induire une perte de charge si importante que le choix de la pompe va être influencé. L'empoussièrement des dispositifs peut aussi entraîner une forte augmentation de la perte de charge lors du prélèvement. Pour mesurer la perte de charge utiliser un calibre, une pompe et le dispositif. La perte de charge est mesurée au débit d'utilisation du dispositif.



Figure 10 : montage pompe, calibreur puis dispositif

Dispositif	Débit d'utilisation L/min	Perte de charge Δ en pouces d'eau	Perte de charge Δ en kPa
Tube de charbon actif 70 mm * 6 mm 100/50 mg	0,050	< 2	<0,5
Tube de charbon actif 70 mm * 6 mm 100/50 mg	0,200	2 < Δ < 4	0,5 < Δ < 1
Cartouche de silice imprégnée DNPH 500 mg	0,2	2	0,5
Tube XAD2 100mm * 6 mm 100/50 mg	0,2	4	1
Cassette deux filtres fibres de quartz imprégnés et une cartouche de silice imprégnée 1000/500 mg	1	10	2,49
Cassette membrane Zefluor et tube XAD2 110 mm * 8 mm 400/200 mg	1	20 < Δ < 25	4,98 < Δ < 6,23
Cassette filtre fibres de quartz et tube XAD 7 110 mm * 6 mm 100/50 mg	1	30	7,47
Cassette cellulose 0,45 μ m et tampon cellulose	3	20	4,98

Tableau : quelques exemples de perte de charge pour des dispositifs de prélèvement.

POMPES

Les pompes sont sélectionnées en fonction du débit de prélèvement de la méthode, du support de collecte, du dispositif de prélèvement et du temps de prélèvement nécessaire.

Il existe de nombreux modèles de pompes répondant à des critères différents et qui assurent des débits de 5 mL/min à 30 L/min.

Les pompes doivent être capables de fonctionner 8 heures et de compenser des pertes de charge imposées par le dispositif de prélèvement dans le cas de contrôle de VLEP-8h. Certaines sont spécialement étudiées pour être utilisées en milieu explosif, elles sont alors certifiées ATEX ; il suffit de lire la codification pour le type de milieu.

La norme ISO 13137 peut servir de document de référence pour évaluer la qualité des pompes utilisées dans l'air des lieux de travail. L'annexe C de cette norme guide les utilisateurs de pompes commerciales dans leur démarche de contrôle.

ENTRETIEN DES POMPES

Le matériel de prélèvement nécessite des contrôles et un entretien spécifiques. Etanchéité, stabilité des débits, justesse des débits, compensation de la perte de charge, chacune de ces propriétés doit être contrôlée et les appareils calibrés au besoin.

Pour cela il existe des tests à effectuer régulièrement. Les constructeurs indiquent en général le nombre d'heures de fonctionnement séparant les opérations d'entretien ou de calibration, souvent 100 h ou 200 h. Dans tous les cas, il est conseillé d'effectuer cet entretien une fois par an même si les pompes n'ont pas atteint ce nombre d'heures.

Stabilité du débit des pompes

Après réglage, le débit doit être stable dans le temps. L'écart de débit entre le début et la fin d'un prélèvement ne doit pas excéder 5%. Pour mesurer le débit des pompes, un dispositif de prélèvement ou un calibreur simulant la perte de charge est intercalé entre le débitmètre et la pompe.

Justesse des pompes

Lorsqu'une méthode de prélèvement impose un débit précis, la pompe doit être réglée à ce débit $\pm 5\%$

Test de compensation des pertes de charges

La norme ISO 13137 indique les valeurs de pertes de charge que chaque catégorie de pompes doit en principe compenser. Une bonne compensation signifie que le débit ne varie pas de + 5% entre la mesure avec une perte de charge négligeable et la mesure avec une perte de charge imposée selon les caractéristiques de la pompe.

Même après vérification des données du constructeur, cette compensation de perte de charge doit être testée dans les conditions habituelles. Cette perte de charge peut être imposée de différentes façons :

- par l'utilisation d'un calibreur, idéale pour pouvoir faire varier les pertes de charge, (voir figure 11).
- par l'utilisation de dispositifs de prélèvement.
- au moyen d'une vanne à pointe ou tout autre type de dispositif à perte de charge variable.



Figure 11 : montage pompe et calibreur

Etanchéité

Pour s'assurer qu'une pompe est étanche, la mettre en marche et obturer l'arrivée d'air. La pompe doit se mettre en défaut puis s'arrêter. Dans le cas contraire, une maintenance est nécessaire et l'appareil ne peut plus être utilisé.

PREPARATION DES POMPES AVANT INTERVENTION

L'idéal est de prérégler les pompes avant intervention avec un dispositif de prélèvement réservé à cet effet, au débit nécessaire pour le prélèvement. L'opérateur n'aura plus qu'à contrôler le débit lors de l'intervention. A chaque type de dispositif et chaque substance correspond un débit approprié. Les débits de prélèvement sur tube varieront de 0,05 L/min à 1 L/min ; les débits de prélèvement seront en général de 2 L/min pour les cassettes, 1,7 L/min pour les cyclones Dorr-Oliver®, 7 ou 10 L/min pour les CIP10. Les débits doivent être réglés à $\pm 5\%$.

DEBITMETRES

Il existe plusieurs types de débitmètres : les débitmètres à lame de savon, les débitmètres à piston graphite, les débitmètres massiques à fil chaud. Ils doivent être impérativement raccordés au système international des unités SI et ne pas s'écarter de $\pm 2\%$ de la valeur de référence. Pour cela, les débitmètres doivent être étalonnés de manière périodique soit en laboratoire à l'aide d'un étalon primaire certifié COFRAC, soit directement dans un laboratoire certifié.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] BARON P.A., KHANINA A., MARTINEZ A.B., GRINSHPUN S.A. – Investigation of filter bypass leakage and a test for aerosol sampling cassettes. *Aerosol Science and Technology*, 2002, 36, pp. 857-865

- [2] BARON P.A. - Using a filter bypass leakage test for aerosol sampling cassettes. Applied Occupational and Environmental Hygiene, 2002, 17 (9), pp. 593-597.
- [3] BARON P.A. Aerosol sampling: Minimizing particle loss from cassette bypass. NMAM Chapter N. (2003)

AUTEURS

C. Hecht INRS, Métrologie des polluants; X.Simon, Métrologie des polluants. (metropol@inrs.fr)

HISTORIQUE

Version	Date	Modifications
1	Octobre 2015	Création de la fiche
2	Février 2016	Complément d'information pour la vérification de l'étanchéité des cassettes fermées.
3	Janvier 2018	Complément d'information : étanchéité des cassettes Complément d'information : mesure des pertes de charges des dispositifs Ajout Xavier Simon auteur
4	Octobre 2018	Correction du tableau des mesures de pertes de charges