



HAL
open science

Evaluation de l'efficacité de prélèvement d'un précipitateur électrostatique

Olivier Le Bihan, Aurélien Zantman, S. Thevenet, Badr R'Mili, Aurélien
Ustache, Olivier Aguerre-Chariol

► **To cite this version:**

Olivier Le Bihan, Aurélien Zantman, S. Thevenet, Badr R'Mili, Aurélien Ustache, et al.. Evaluation de l'efficacité de prélèvement d'un précipitateur électrostatique. 26. Congrès Français sur les Aérosols (CFA 2011), Jan 2011, Paris, France. pp.NC. ineris-00973609

HAL Id: ineris-00973609

<https://ineris.hal.science/ineris-00973609>

Submitted on 4 Apr 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

EVALUATION DE L'EFFICACITE DE PRELEVEMENT D'UN PRECIPITATEUR ELECTROSTATIQUE.

O. Le Bihan* (1), A. Zantman (1), S. Thévenet (1, 2), B. Rmili (1), A. Ustache (1),
O. Aguerre (1).

(1) Institut national de l'environnement industriel et des risques (INERIS), Parc Technologique Alata,
BP 2, 60550 Verneuil-en-Halatte. olivier.le-bihan@ineris.fr

(2) Université de Clermont-Ferrand

TITLE

Assessment of the sampling efficiency of an electrostatic precipitator.

ABSTRACT

Easy-to-use particle sampling techniques leading to easy-to-analyze samples is a growing need for nanosafety.

Electrostatic precipitation [Dickens 1999] commercialized by TSI (Nanometer Aerosol Sampler model 3089) could be an answer. However, more information is needed on the performance of this instruments.

On the one hand, real time sampling efficiency of the NAS regarding voltage has been studied.

On the other hand, the sampling efficiency for 80 nm polystyrene particles has been considered through both real time CPC measurements and TEM analysis: these methods lead to very different results, respectively 62-70% and < 0,1 %. These results are discussed regarding literature.

RESUME

Connaître la composition des particules constitue un enjeu grandissant dans le domaine des particules ultrafines.

Il est essentiel de disposer de techniques de prélèvement simples, pouvant permettre une analyse différée, tout particulièrement par microscopie électronique.

A ce titre, le prélèvement par précipitateur électrostatique semble être une technique prometteuse. La société TSI commercialise depuis quelques années un échantillonneur de ce type, le modèle 3089 NAS (Nanometer Aerosol Sampler).

Le travail présenté ici a pour objectif d'étudier l'efficacité de prélèvement de cet appareil, dans le cas d'une mise en œuvre en aval d'un analyseur de mobilité électrique.

Pour ce faire, un aérosol monodispersé a été produit par atomisation et extraction par analyse de mobilité. L'efficacité de prélèvement a été considérée pour différents modes de fonctionnement.

Il ressort de cette étude que si une efficacité notable de dépôt est relevée à l'échelle du NAS, ce dépôt ne se ferait que de manière minoritaire sur la grille de prélèvement. Ces résultats sont discutés au regard de références bibliographiques.

1. INTRODUCTION

Connaître la composition des particules constitue un enjeu grandissant dans le domaine des particules ultrafines.

Cette capacité ouvre en effet des perspectives importantes en matière d'interprétation des données, tout particulièrement en ce qui concerne l'identification de sources, et la quantification de leur impact respectif.

Ceci est particulièrement vrai lorsqu'on étudie d'une source modeste au regard du bruit de fond, notamment lorsque celui-ci fluctue.

Des développements sont menés dans le domaine de l'analyse temps réel sur le terrain (technique AMS, LIBS, ...). Toutefois, des efforts sont encore nécessaires pour disposer d'une technique bon marché, d'usage simple, opérationnelle sur le terrain.

Par conséquent, il est essentiel de disposer par ailleurs de techniques de prélèvement simples, pouvant permettre une analyse différée, tout particulièrement par microscopie électronique.

A ce titre, le prélèvement par précipitateur électrostatique semble être une technique prometteuse.

En effet, mise à la sortie d'un analyseur de mobilité électrique, elle permet de prélever des particules sur des grilles de microscope électronique (« grilles MET »), ce qui permet de donner accès à une détermination de la taille, de la forme mais aussi de la composition des particules.

Un travail de développement très approfondi a été mené en ce sens par Diksens et Fissan [Diksens, 1999].

La société TSI commercialise depuis quelques années un échantillonneur de particules basé sur ces travaux, le modèle 3089 NAS (Nanometer Aerosol Sampler). Cependant, le protocole de mise en œuvre de cet appareil est extrêmement peu documenté.

Les conditions opératoires ont une influence importante sur la qualité des résultats fournis par cet appareil :

- Le prélèvement sur grille MET est un travail délicat : il convient en effet de trouver un juste équilibre entre une concentration de surface suffisamment importante pour permettre une analyse par microscopie, sans dépasser néanmoins un seuil au-delà duquel les particules sont susceptibles de se juxtaposer, rendant difficile leur détermination en tant que particules individuelles.
- Débit et gradient électrique sont ajustables par l'opérateur : leur influence doit être évaluée.
- Connaître l'efficacité de prélèvement est indispensable : sa valeur et sa variabilité influent sur le temps de prélèvement, comme sur le statut des mesures obtenus (s'agit-il d'une mesure qualitative, semi-quantitative ?).

Le travail présenté ici a pour objectif d'étudier l'efficacité de prélèvement du précipitateur électrostatique 3089, dans le cas d'une mise en œuvre en aval d'un analyseur de mobilité électrique. Pour ce faire, un aérosol monodispersé a été produit par atomisation et extraction par analyse de mobilité. L'efficacité de prélèvement a été considérée pour différents modes de fonctionnement.

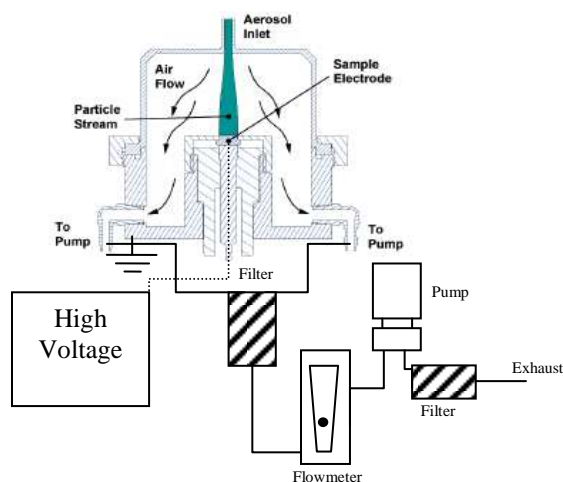


Figure 1 : schéma de principe du précipitateur

2. MATERIEL ET METHODE

Le précipitateur électrostatique met en œuvre un champ électrique, de manière à modifier la trajectoire de particules chargées, et à favoriser leur dépôt sur une grille de microscopie électronique (dite grille « MET »), laquelle est placée sur une électrode (**Figure 1**).

Pour les besoins de cette étude, le débitmètre et la pompe de série du NAS ont été remplacés par un compteur de particules de type CNC Grimm, fonctionnant à un débit de 1.5 lpm, permettant une mesure en aval du NAS. Un compteur de particules de type Water CPC TSI 3785 a été utilisé pour mesurer la concentration en amont du NAS.

Un aérosol mono-dispersé a été produit à l'aide d'une dispersion contenant des billes de 80 nm (polystyrene Nanosphere Size Standards 3080A, Thermo scientific), dispersion pulvérisée à l'aide d'un atomiseur (TSI 3076), puis séchée (dispositif TSI 3062) ; enfin, un analyseur de mobilité électrique (plateforme TSI 3080 + long DMA 3081) a permis de produire un aérosol mono-dispersé centré sur 80 nm.

Les grilles de microscope électronique (grilles « MET ») sont mises en place sur une électrode. Trois types d'électrode (ou support), ont été considérés (Tableau 1).

Code	Type de support	Caractéristiques
« Large »	De série - TSI	Disque métallique de 25 mm de diamètre.
« fin »	De série - TSI	Disque métallique de 9.5 mm de diamètre.
« Vissé »	prototype	Support fin TSI, sur lequel vient se visser une pièce percée en son centre. Cette pièce permet de fixer la grille MET sur l'électrode, sans avoir recours à du papier adhésif ou tout autre procédé « collant » risquant de détériorer la grille.

Tableau 1 : présentation des trois supports de grille MET.

Les grilles utilisées pour l'ensemble des essais sont des grilles du fournisseur AGAR Scientific de référence S162. Une grille possède 200 mailles (« mesh ») ; les barreaux de la grille sont en cuivre et ils sont recouverts d'un film de formvar (polymère de 20-30nm d'épaisseur) puis d'un film de carbone (15nm).

Le dénombrement a été assuré par un microscope électronique à transmission MET Philips CM12 120 kV, équipé d'une caméra Mega View 3 et d'une sonde de microanalyse EDS XMax d'Oxford Instrument.

3. RESULTATS : INFLUENCE DU CHAMP ELECTRIQUE

Le principe du balayage en tension, avec mesurage par CNC en amont et en aval de l'appareil, est illustré par un exemple en Figure 2. Un coefficient de correction est introduit afin d'aligner les deux CNC en début de test (tension nulle) ; ce coefficient est vérifié en fin de test. L'impact de la mise en place d'un champ électrique, puis de son augmentation, apparaît très clairement sur le schéma, avec une diminution significative de la concentration en aval du NAS.

Afin de s'affranchir du rôle éventuel des grilles MET, et notamment de leurs propriétés en terme de conductivité, une première partie de l'étude a été réalisée en considérant des électrodes nues. Les résultats obtenus (Tableau 2), montrent très clairement l'émergence d'un dépôt puis l'augmentation de celui-ci au fur et à mesure de l'augmentation du champ électrique dans le NAS.

Type de support	TENSION (-kV)				
	0	2,5	5	7,5	10
« large »	0,0%	1,0%	5,2%	14,0%	40,6%
« fin »	0,0%	12,9%	29,3%	45,6%	62,2%
« vissé »	0,0%	15,4%	36,4%	51,4%	60,4%

Tableau 2 : Etude du dépôt global de particules en fonction de la tension (en l'absence de grille MET) – part de la concentration mesurée en aval au regard de la concentration mesurée en amont.

Les résultats obtenus pour les supports « fin » et « vissé » présentent une relation linéaire par rapport à la tension (Figure 4, Figure 5). Par contre, nous relevons un comportement différent pour le support « large » (Figure 3) : le dépôt ne devient réellement significatif que pour la tension maximale. Il serait nécessaire d'approfondir cette question ; cette spécificité est-elle due à la taille plus importante de cette électrode (nécessité de dépasser un certain seuil de tension pour disposer de lignes de champ efficaces ?) ; ou est-elle due à un problème de contact, lié à la conception du support ? Etc.

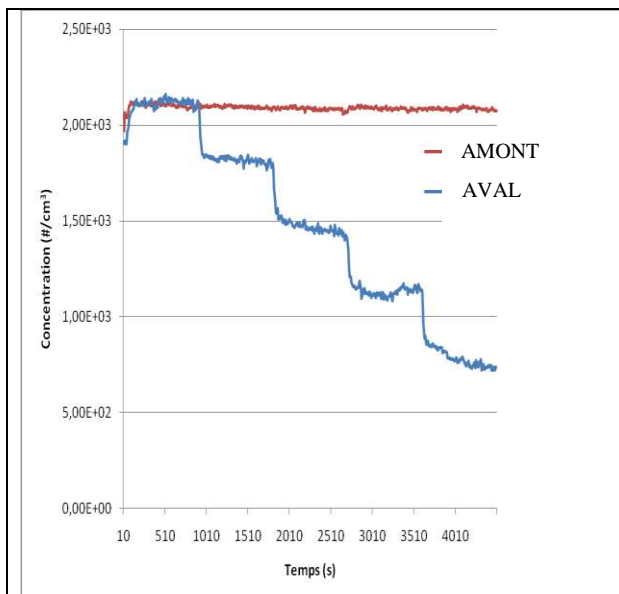


Figure 2 : Suivi temporel des concentrations amont et aval, lors d'un balayage en tension, par paliers (2,5 ; 5 ; 7,5 ; 10 kV).

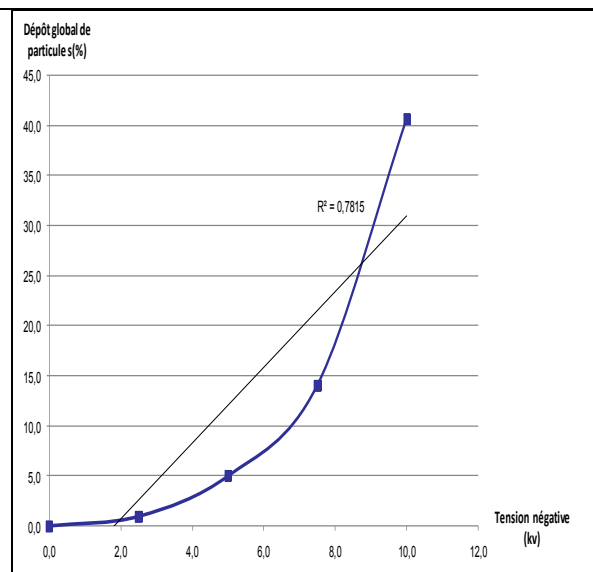


Figure 3 : efficacité globale en fonction de la tension – support « large ».

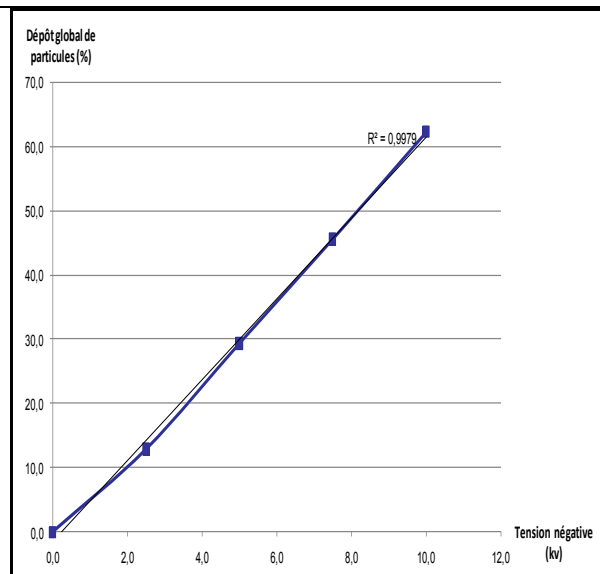


Figure 4 : efficacité globale en fonction de la tension – support « fin ».

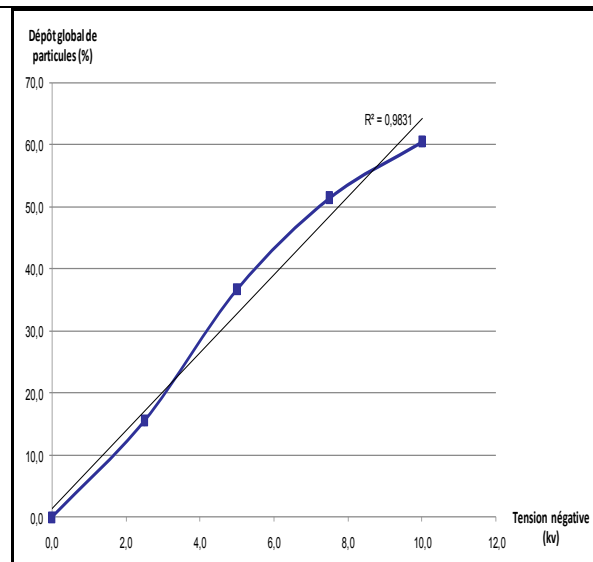


Figure 5 : efficacité globale en fonction de la tension – support « vissé ».

Cette évaluation ayant été menée sans grille MET, une seconde évaluation a été menée en ajoutant une grille MET, ceci dans le cas du support « vissé ». La comparaison de ces données (**Tableau 3**) fait apparaître une légère augmentation du dépôt global (de 2% environ pour 2,5 kV, à 9 % environ pour 10 kV), en faveur de la configuration « avec grille ».

TENSION (-kV)	0	2,5	5	7,5	10
Type de support					
Support « vissé » sans grille	0,0%	15,4%	36,4%	51,4%	60,4%
Support « vissé » avec grille	0,0%	18,0%	39,9%	57,6%	69,6%
différence	0,0%	2,5%	3,6%	6,2%	9,2%

Tableau 3 : impact de la présence de la grille MET, sur le dépôt global.

4. COMPARAISON ENTRE DEPOT GLOBAL ET DENOMBREMENT SUR GRILLE

La mesure de la concentration en nombre en amont et en aval du préleveur, permet de mener des études relativement rapides et documentées, par opposition à l'analyse différée par microscopie.

Cependant, il est essentiel de comparer ces deux approches, afin de dissocier d'une part le « dépôt global » c'est-à-dire la quantité de particules perdues dans l'ensemble de l'appareil, et d'autre part la quantité de particules réellement déposée sur la grille MET (« prélèvement »).

Ce test a été mené sur un point de fonctionnement donné (**Tableau 4**).

Les résultats obtenus s'avèrent très surprenants, avec une différence extrêmement importante entre les deux approches : si le dépôt global est de l'ordre de 62 à 70 %, le prélèvement réel est inférieur à 0,1%.

Point de fonctionnement	Méthode	Efficacité
support « vissé » 1.5 lpm, -10 kV PS 80 nm	Mesure amont / aval	62 à 70 %
	Dénombrement par microscopie	< 0,1 %

Tableau 4 : comparaison entre les deux méthodes de mesure, pour un point de fonctionnement avec grille MET.

5. DISCUSSION

Les résultats obtenus ci-dessus ont été comparés avec des communications récentes, l'une basée sur le dénombrement par microscopie [Bau, 2010], l'autre couplant la microscopie et l'approche globale [Chengjue, 2010].

S'agissant des mesures « amont / aval » par CNC, les ordres de grandeur obtenus ici sont cohérents avec l'étude de Chengjue et al. (cf. **Tableau 5**), avec, pour des billes en PSL de 80 nm, une efficacité pour l'une de 62 à 70 %, et pour l'autre de 50 % environ (un support différent).

Les travaux de Chengjue et al. comprennent également une étude paramétrique sur le champ électrique, convergente avec la présente étude.

Il en est tout autrement s'agissant de l'efficacité réelle de prélèvement, étudiée via le dénombrement par microscopie (**Tableau 5**).

En effet, d'une part, l'étude de Bau et al. présente des résultats similaires avec ceux de la présente étude, avec une efficacité de prélèvement inférieure à 0,2 %.

D'autre part, l'étude de Chengjue et al. relève une excellente convergence entre les deux approches (amont/aval, microscopie), avec un écart inférieur à 5 %.

La différence observée entre les deux approches, dans la présente étude, semble indiquer que si dépôt il y a, celui-ci ne se fait pas sur la grille MET, contrairement à l'étude de Chengjue.

Référence	Point de fonctionnement	Efficacité	
		Dépôt global	Dénombrement sur grille
[Chengjue, 2010]	1 à 4 lpm, 1 à 9,3 kV - PSL	8 à 43 % ; ~50% à 80 nm	
	1 à 4 lpm, 1 à 9,3 kV - Candle smoke	39 à 99,5 %	
	1 à 4 lpm, 1 à 9,3 kV - diesel	32 à 99 %	
Présente étude	Support « vissé » ... lpm, ... kV - PS 80 nm	62 à 70 %	< 0,1 %
[Bau, 2010]	1 lpm, 10 kV – PSL 50 à 400 nm	/	0,02 à 0,16 %

Tableau 5 : comparaison entre les deux approches (mesure amont-aval, et dénombrement sur grille MET).

6. CONCLUSION

Il est essentiel pour les physiciens des aérosols de disposer d'outils de prélèvement et d'analyse facilitant l'observation de nano-particules.

A ce titre, le préleveur NAS propose de réaliser des prélèvements sur un support directement exploitable par un microscope électronique.

Cependant, les caractéristiques de fonctionnement de ce préleveur nécessitent une description plus détaillée.

Deux approches ont été mises en œuvre dans cette étude. Une première approche s'appuie sur des mesures en amont et en aval du NAS, à l'aide de compteur de noyaux de condensation. Ceci permet de multiplier les essais. Cependant, on considère ainsi le dépôt global à l'échelle de l'ensemble de l'appareil : la part réellement déposée sur la grille MET n'est pas déterminée.

C'est pourquoi une seconde approche est mise en œuvre : le dénombrement sur grille de prélèvement, par microscope électronique. Cette approche est plus coûteuse en temps ; elle est cependant indispensable pour connaître le dépôt réel sur la grille MET.

Les résultats obtenus mettent en avant un comportement linéaire entre la tension, et le dépôt global dans l'appareil. Toutefois, la qualité d'un des supports de prélèvement (électrode dite « large ») nécessiterait un examen approfondi.

Par ailleurs, l'efficacité réelle de prélèvement pose question : si une étude récente [Chengjue 2010] a observé une très bonne efficacité de prélèvement sur grille MET (50 % pour du PSL 80 nm), il n'en est pas de même pour la présente étude, et celle de Bau [Bau 2010] sur la base desquelles l'efficacité pour le PSL se situerait au dessous de 0,2 %.

REMERCIEMENTS

Cette étude a bénéficié du support financier du Ministère de l'Environnement (programme 189), et du projet Nano-Innov.

REFERENCES

[Dixkens, 1999] - "Development of an Electrostatic Precipitator for Off-Line Particle Analysis », J. Dixkens and H. Fissan, *Aerosol Science and Technology* 30:438-453 (1999).

[Chengjue, 2010] – "Determining Ultrafine Particle Collection Efficiency in a Nanometer Aerosol Sampler", Chengjue Lia, Shusen Liub, Yifang Zhuc, *Aerosol Science and Technology*, Volume 44, Issue 11 November 2010 , pages 1027 – 1041.

[Bau, 2010] – "Experimental measurement of the collection efficiency of nanoparticle samplers based on electrostatic and thermophoretic precipitation", Bau, S., Ouf, F.X., Miquel, S., Rastoix, O. and Witschger, O., IAC 2010, Abstract, *Journal of Aerosol Science*.