MISE EN SUSPENSION DE POUDRES PAR SYSTEME VORTEX.

A. Ustache*(1), S. Thevenet (1), M. Morgeneyer (2), O. Aguerre-Chariol(1), O. Le Bihan (1).

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

(2) Université Technologique de Compiègne

POWDER SUSPENDING SYSTEM BY VORTEX EFFECT

New materials based on nanotechnology are reaching the market in a wide variety of consumer products. Since these nanostructured materials can be in powder form, a suspending powder system is essential for many purposes: For in vivo inhalation toxicological studies,for workers and consumers protection, for instrumental development widening aerosol measurement spectrum.

Different powders suspending systems have been developed like the rotating drum or the single drop. They are used as a reference method to evaluate bulk materials dustiness. Usually cumbersome, these systems need a huge amount of powder (a few hundred grams) and require time-consuming cleaning processes which could be even more tedious when a nanostructured material and/or a toxic powder is used.

The aim of this work is to evaluate the behavior of a powder suspending system by vortex effect. This system is very simple and requires a very small amount of powder (a few grams) in a tube [1,2]. It has been set up to study the dustiness under controlled and reproducible conditions. Different tests have been performed with a Al2O3 powder. They allowed not only to characterize the influence of shaking speed and powder mass, but also to measure the particle size and the number concentration as shown on the figures below :

La mise en suspension de poudres est un processus essentiel dans différents domaines : il permet d'étudier la physico-chimie de la phase « aérosol » d'une poudre donnée ; un tel système est indispensable pour mener des études toxicologiques par inhalation in vivo ; dans le domaine de la protection des personnes (travailleur, consommateur) et de l'environnement, il permet d'évaluer l'émissivité potentielle des poudres, et en conséquence d'adapter les mesures de protection ; un tel dispositif facilite également le développement instrumental, en donnant accès à un spectre large d'aérosols.

Nous rapportons ici les résultats d'une étude consacrée à la mise en suspension par effet vortex. Ce système est particulièrement simple [2, 3] : il consiste en l'agitation d'une faible quantité de poudre, placée dans un tube à essai.

Nos essais ont porté sur une poudre micronique d'alumine. L'aérosol obtenu a été caractérisé en nombre et taille à l'aide de systèmes CNC, SMPS, et APS. Des essais de sensibilité ont été menés en termes de quantité de produit, et de niveau d'agitation. Nous avons relevé une très bonne répétabilité des résultats.

CONTEXTE ET OBJECTIFS

Le secteur des nanotechnologies est en perpétuelle croissance depuis quelques années. Les matériaux nanostructurés sont de plus en plus nombreux sur le marché. Ces produits peuvent se présenter sous différentes formes : solides, suspensions liquides, poudres.

On définit par poudre un état fractionné de la matière à l'état solide. De ce fractionnement découle une quantité de petites « morceaux » que l'on appelle généralement particules seuls les éléments d'un diamètre géométrique inférieur à 20 µm sont considérés. Ces aérosols représentent un danger sanitaire potentiel, notamment en ce qui concerne l'inhalation.

La mise en place d'études toxicologiques dans ce domaine est donc devenue une préoccupation majeure. Ces études nécessitent de bien connaître les aérosols étudiés, ce qui entraîne un besoin en terme de métrologie et de génération de particules.

Le générateur ainsi considéré présentera un intérêt multiple :

- Evaluation de la pulvérulence d'une poudre (sa propension à émettre des particules durant sa manipulation),
- Evaluation de la granulométrie des aérosols générés afin de mieux définir la fraction inhalable de la poudre étudiée,
- Etude des propriétés physico-chimiques de la phase mise en suspension ;
- Développement d'un système de génération pour l'étude de l'impact par l'inhalation.

Ce travail est également important dans le domaine du développement instrumental, puisque la création d'un tel aérosol facilite les travaux de mise au point de techniques de mesurage (notamment dans le cas de l'analyse temps réel de la composition).

Il existe deux moyens normalisés de mise en suspension : un tambour rotatif (rotating drum) ainsi qu'un système de largage de poudres dans un volume de prélèvement (continuous single drop) (Breum, 1999 4; Schneider et Jensen, 2007 5). Ces deux systèmes sont proposés dans la norme EN 15501 .

Néanmoins, la quantité de matière nécessaire à la mise en place de tels dispositifs étant très importante (entre 300 et 600 g de poudre), leur utilisation n'est pas adaptée à certaines poudres dont la nocivité ou le coût peuvent devenir très importants. Par ailleurs, ces appareils peuvent être relativement volumineux, et nécessiter une opération de nettoyage post-essai relativement longue voire complexe. Ces difficultés sont accentuées dans le cas de poudres nanostructurées pour lesquelles les conditions de sécurité pourraient être renforcées.

C'est dans ce contexte qu'a été envisagée l'utilisation d'un agitateur de type Vortex, comme moyen de mise en suspension de poudre : il nécessite une quantité de matière bien inférieure (quelques grammes), et s'avère relativement simple à gérer en matière de nanosécurité. Notons que cette solution a déjà été utilisée pour l'étude des Nanotubes de Carbone (CNTs) (Maynard, 2002 ; Baron et al, 2003 ; Maynard et al, 2004).

L'étude présentée ici a pour objectif d'évaluer la stabilité des concentrations en particules mises en suspension par ce dispositif, ainsi que l'effet de certains facteurs (vitesse d'agitation, masse de poudre constituant l'échantillon…) sur les réponses fournies par les différents instruments de mesure.

PRINCIPE DU DISPOSITIF DE MISE EN SUSPENSION

Le fonctionnement du générateur est basé sur l'utilisation d'un agitateur de type « vortex », sur lequel est fixé un tube à essai (25 mm * 150 mm) qui contiendra l'échantillon. Par l'effet combiné de l'agitation et de la circulation d'air dans le tube, un mouvement de vortex est créé, permettant ainsi la mise en suspension d'une partie des poudres placées dans le tube.

Le vortex présente les avantages suivants:

- L'utilisation d'une quantité très modérée de poudre.
- Le confinement de l'échantillon dans un tube à essai minimisant ainsi l'exposition durant le traitement de celui-ci une fois la manipulation terminée, et facilitant ainsi grandement son élimination.
- Un encombrement réduit.

Le banc de mesure permettra donc de caractériser les aérosols générés par le système d'agitation vortex grâce à une mesure en continu de la concentration en nombre (CNC 3785), une distribution granulométrique des particules microniques et supermicroniques (APS de 0,5 à 20 µm) et une distribution granulométrique pour les nanoparticules (SMPS de 10 à 500 nm). Ces données permettront d'évaluer la stabilité du générateur, ainsi que l'effet des facteurs « masse de poudre » et « fréquence d'agitation » sur les réponses obtenues. Il est pour cela primordial de prendre un certain nombre de dispositions, comme l'étalonnage des granulomètres, la réalisation de blancs, ou encore la vérification systématique des débits afin d'assurer la stabilité et la reproductibilité des conditions de mesures.

PLAN D'EXPERIENCE ET RESULTATS

Afin d'évaluer le comportement du système, un plan d'expérience a été établi. Deux facteurs d'influences ont été choisis, chacun comprenant trois valeurs. Ce plan propose donc neuf points de fonctionnement du générateur.

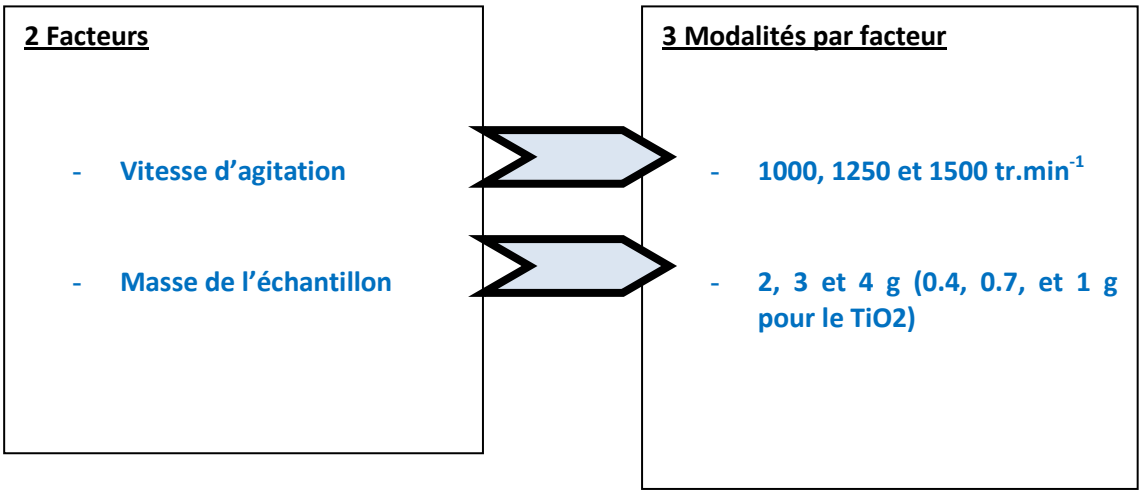


Figure 1 : Facteurs d'influences et modalités

Les résultats suivants portent sur une poudre d'alumine Al2O3. Les figures 1 présente le suivi temporel de la concentration en nombre pour une masse de produit fixée à 4 grammes et trois vitesses d'agitation différentes. Le système réclame un temps de stabilisation de la concentration d'environ 10 minutes.

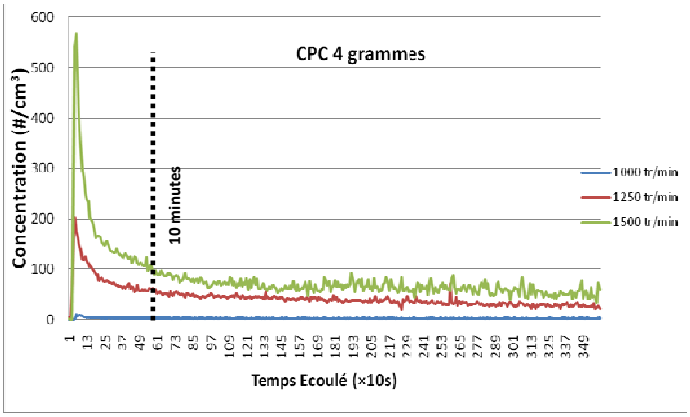


Figure 2 : Courbes de concentration en nombre du CNC pour 3 grammes de poudre, à 1000, 1250 et 1500 $tr.min^{-1}$

La figure 2 représente l'évolution de la granulométrie 0,5 – 20 µm au cours de l'essai. On observe une diminution de la concentration mais le mode (maximum de concentration) reste inchangé.

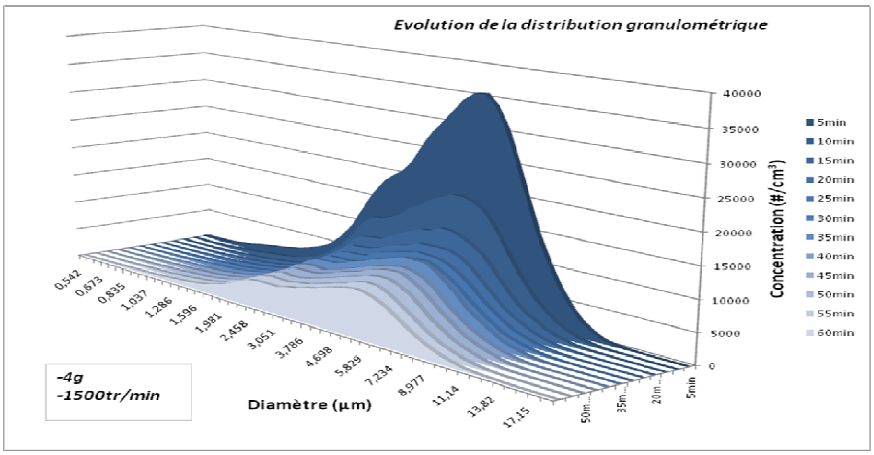


Figure 3 : Exemple d'évolution de la distribution granulométrique pendant une heure (APS)

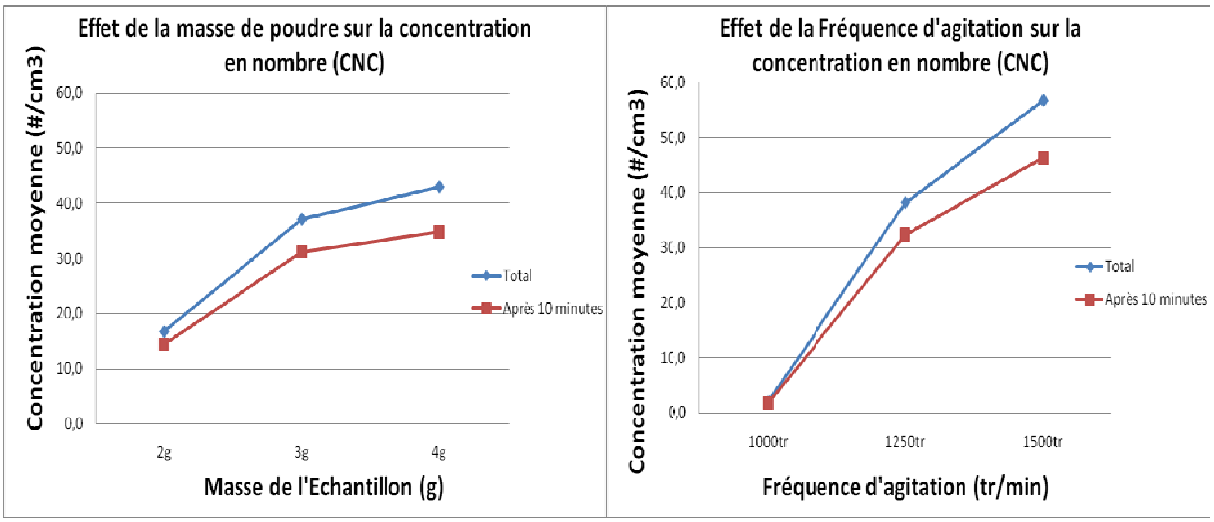


Figure 3 – Graphes d'effet concernant les données CPC

L'étude de pulvérulence menée sur l'Al2O3 micronique permet d'observer une bonne stabilité des courbes de concentration et des distributions granulométriques obtenues, ainsi qu'une réelle influence des facteurs étudiés sur l'émissivité de la poudre. Ces observations rendent la solution du Vortex en tant que générateur très crédible.

Des essais ont été effectués par ailleurs sur une poudre de dioxyne de titane. Le comportement de cette poudre (rapide et importante agglomération) n'a pas permis de valider les données issues de ces manipulations.

CONCLUSION

En conclusion, au vu de la stabilité de la concentration obtenue lors des différents tests, et de la répétabilité observée, l'utilisation de l'agitateur vortex en tant que générateur dans le cadre d'études toxicologique semble donc être une piste prometteuse. Il faut cependant prendre en compte le fait que chaque poudre adoptera un comportement unique envers la contrainte appliquée. La réponse obtenue par ce système sera donc différente selon les types de poudres étudiés.

En ce qui concerne l'étude de pulvérulence, les tests montrent que la solution apportée semble être bien adaptée en ce qui concerne les particules microniques, mais que des solutions doivent être trouvées afin de pouvoir régler la problématique des nanoparticules.

L'augmentation de la vitesse d'agitation constitue un axe de progression dans la compréhension de ce système de mise en suspension de poudre. Le phénomène d'agglomération peut être suivi d'une désagglomération si l'apport énergétique est plus important.

BIBLIOGRAPHIE

[1] Maynard AD. Experimental determination of ultrafine TiO2 deagglomeration in a surrogate pulmonary surfactant: preliminary results. Ann Occup Hyg (2002)

[2] Baron PA, Maynard AD, Foley M. Evaluation of aerosol release during the handling of unrefined single walled carbon nanotube material. In: NIOSH. DART-02-191 Rev.1.1 April 2003 (2003) Cincinnati, OH: NIOSH

[3] Maynard AD, Baron PA, Foley M, et al. Exposure to carbon nanotube material: aerosol release during the handling of unrefined single-walled carbon nanotube material. J Toxicol Environ Health A (2004)

[4] Breum NO. The rotating drum dustiness tester: variability in dustiness in relation to sample mass, testing time, and surface adhesion. Ann Occup Hyg (1999)

[5] Schneider T, Jensen KA, Combined Single-Drop and Rotating Drum Dustiness
Test of Fine to Nanosize Powders Using a Small Drum, British Occupational Hygiene Society (2007)

[6] EN 15051 Workplace atmospheres - Measurement of the dustiness of bulk materials –
Requirements and choice of reference test methods

[7] I Ogura, H Sakurai , and M Gamo, Dustiness testing of engineered nanomaterials, Journal of Physics, 2009 (Nanosafe 2008)

[8] A. Ustache, M. Morgeneyer, O. Aguerre-Chariol, et O. Le Bihan, Dustiness assessment by Vortex Shaker Method (NanoImpactNet 2010)

[9] N. Boudaoud , Z.Cherfi , Plans d'expérience (Université Technologique de Compiègne, 2009)

[10] FICHE DE DONNEES DE SECURITEE (EC 1907/2006) AEROXYDE TiO2 P 25 (EVONIK industries)

[11] T Ohno, K Sarukawa, K Tokieda, and M Matsumara, Morphology of a TiO2 Photocatalyst (Degussa, P-25) Consisting of Anatase and Rutile Crystalline Phases, Journal of Catalysis, 2001