

PROJET CaRPE



Caractérisation et réduction des émissions
des procédés de métallurgie des poudres
métalliques à hautes énergies

RAPPORT FINAL



EXPERTISES

**Janv.
2023**

REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient l'ADEME et notamment Aude-Claire Houdon, référente technique et Delphine Cottet, référente administrative pour la réalisation du projet.

Les auteurs remercient également les membres du consortium de recherche : Geoffrey Darut, Fabrice Lezzier, Franck Devestel, Pierre Picard, Alexis Vion, Cathy Berguery, Julien Roquette, Martin Morgeneyer.

A toutes celles et ceux qui ont contribué à l'avancement du projet en apportant leur expertise, notamment :

- Laurent Meunier et Jessica Queron (Unité PROX en charge des caractérisations de la qualité de l'air en proximité de sources),
- Alexis Vignes (Unité ERIP en charge des risques en charge de l'évaluation et du management des risques d'incendie et d'explosion dans les procédés),
- Benoit Schnuriger (Unité TPEC en charge du suivi des meilleures technologies disponibles),
- Isaline Fraboulet (Unité EMIS en charge des rejets canalisés atmosphériques et aqueux),
- Arnaud Papin, Farid Ait Ben Ahmad et Yohann Baillon (Unité ANAE en charge des analyses de microscopie).

CITATION DE CE RAPPORT

Dieu S., Darut G., Meunier L., Dutouquet C., Queron J., Vignes A., Schnuriger B., Le Bihan O.
Rapport final. 136 pages.

Cet ouvrage est disponible en ligne <https://librairie.ademe.fr/>

Toute représentation ou reproduction intégrale ou partielle faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite selon le Code de la propriété intellectuelle (art. L 122-4) et constitue une contrefaçon réprimée par le Code pénal. Seules sont autorisées (art. 122-5) les copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé de copiste et non destinées à une utilisation collective, ainsi que les analyses et courtes citations justifiées par le caractère critique, pédagogique ou d'information de l'œuvre à laquelle elles sont incorporées, sous réserve, toutefois, du respect des dispositions des articles L 122-10 à L 122-12 du même Code, relatives à la reproduction par reprographie.

Ce document est diffusé par l'ADEME

ADEME

20, avenue du Grésillé
BP 90 406 | 49004 Angers Cedex 01
Numéro de contrat : 1881C0004

Étude réalisée par INERIS, UTBM, UTC, APS Coating Solutions, TOYAL Europe, Groupe PHOSPHORIS MP FILTER, BLUE industry & Science, BV PROTO pour ce projet financé par l'ADEME

Projet de recherche coordonné par : INERIS

Appel à projet de recherche : CORTEA

Coordination technique - ADEME : HOUDON Aude-Claire

Direction/Service : DETI / SCI

SOMMAIRE

RÉSUMÉ	6
ABSTRACT	7
1. CONTEXTE, OBJECTIFS ET ORGANISATION DU PROJET	8
1.1. Contexte général.....	8
1.2. Contexte environnemental et enjeux économiques et sociétaux.....	8
1.3. Positionnement du projet.....	9
1.4. Objectifs du projet	11
1.5. Organisation du projet	12
2. DESCRIPTION DES PROCÉDÉS MÉTALLURGIQUES.....	14
2.1. Description des procédés de projection thermique.....	14
2.1.1. Principe général de la projection thermique	14
2.1.2. Description de la projection thermique à plasma	18
2.1.3. Description de la projection thermique HOVF (High Velocity Oxygen Fuel).....	18
2.1.4. Description de la projection thermique à plasma sous vide (VPS).....	18
2.2. Description des procédés de fabrication additive	19
2.2.1. Principe général de la fabrication additive	19
2.2.2. Description du procédé de fabrication additive SLM.....	20
2.3. Description des procédés d'atomisation de poudres métalliques	21
2.3.1. Principe général de l'atomisation sous gaz de poudres métalliques.....	21
3. ETAT DE L'ART MIS À JOUR.....	23
3.1. Enquête préliminaire auprès des industriels de la projection thermique	23
3.2. Bibliographie sur les émissions.....	23
3.3. Bibliographie sur le contrôle des émissions	25
3.4. Réglementation applicable à la maîtrise des émissions atmosphériques.....	25
3.4.1. Réglementation française.....	25
3.4.2. Réglementation issue de la transposition de la directive relative aux émissions industrielles	26
3.4.3. Principales techniques de dépoussiérage décrites dans les BREF	27
4. PRÉSENTATION DES INSTRUMENTS DE MESURE	30
4.1. Les équipements de mesures déployés sur le terrain	30
4.2. Les instruments de laboratoire	31
5. VISITES DE SITES ET DÉFINITION DES STRATÉGIES DE MESURES.....	34
5.1. Méthodologie adoptée	34
5.1.1. Préparation des visites.....	34
5.1.2. Déroulement de la visite.....	34
5.1.3. Mesures simplifiées	35
5.1.3.1. Les mesures particulières	35
5.1.3.2. Les mesures gazeuses	35
5.2. Bilan des visites	35

5.2.1.	Visite du site du partenaire 4	36
5.2.2.	Visite du site du partenaire 2	39
5.3.	Visite du site du partenaire 6	43
5.3.1.	Visite du site du partenaire 7	45
5.4.	Choix des sites pour des campagnes complètes	49
6.	SYNTHÈSE DES CAMPAGNES DE MESURES	50
6.1.	Campagne 1 - Partenaire 4 – Projection thermique à plasma	50
6.1.1.	Présentation de l'installation et des points de mesure	50
6.1.1.1.	Présentation de l'installation	50
6.1.1.2.	Présentation des points de mesure #1 et #2	51
6.1.1.3.	Présentation des points de mesure #3 et #3 bis	52
6.1.1.4.	Présentation des points de mesure #4 et #5	52
6.1.1.5.	Présentation des points de mesure #6 et #7	52
6.1.2.	Présentation des résultats	54
6.1.2.1.	Les émissions canalisées et la filtration	54
6.1.2.1.1.	Concentrations en nombre	54
6.1.2.1.2.	Granulométrie	55
6.1.2.1.3.	Microscopie électronique à transmission	57
6.1.2.1.4.	L'efficacité de filtration	57
6.1.2.2.	Les émissions diffuses	60
6.1.2.3.	L'exposition professionnelle non réglementaire	60
6.1.2.3.1.	Suivi de l'exposition avec les compteurs de particules	60
6.1.2.3.2.	Analyse de l'exposition avec la microscopie électronique à transmission	62
6.1.2.4.	Mesure du pouvoir de resuspension	63
6.2.	Campagne 2 - Partenaire 2 – Projection thermique à plasma	65
6.2.1.	Présentation de l'installation et des points de mesure	65
6.2.1.1.	Présentation de l'installation	65
6.2.1.2.	Présentation des points de mesure #1, #2 et #2 bis	65
6.2.1.3.	Présentation des points de mesure #3 et #3 bis	65
6.2.1.4.	Présentation des points de mesure #4 et #5	65
6.2.2.	Présentation des résultats	67
6.2.2.1.	Les émissions canalisées et la filtration	67
6.2.2.1.1.	Concentrations en nombre	67
6.2.2.1.2.	Granulométrie	71
6.2.2.1.3.	Microscopie électronique à transmission	72
6.2.2.1.4.	L'efficacité de filtration	74
6.2.2.2.	Les émissions diffuses	76
6.2.2.3.	L'exposition professionnelle non réglementaire	76
6.2.2.3.1.	Analyse de l'exposition avec les compteurs de particules	76
6.2.2.3.2.	Analyse de l'exposition avec la microscopie électronique à transmission	77
6.2.3.	Présentation des résultats des essais paramétriques	78
6.3.	Campagne 2 - Partenaire 2 – Atomisation de poudres métalliques	85
6.3.1.	Présentation de l'installation et des points de mesure	85
6.3.1.1.	Présentation de l'installation	85
6.3.1.2.	Présentation du point de mesure #1	85
6.3.1.3.	Présentation des points de mesure #2 et #2 bis	85
6.3.1.4.	Présentation des points de mesure #3, #4 et #5	85
6.3.2.	Présentation des résultats	87
6.3.2.1.	Les émissions canalisées et la filtration	87

6.3.2.1.1.	Concentrations en nombre	87
6.3.2.1.2.	Granulométrie	87
6.3.2.1.3.	L'efficacité de filtration	88
6.3.2.1.4.	Microscopie électronique à transmission	88
6.3.2.2.	Les émissions diffuses.....	89
6.3.2.3.	L'exposition professionnelle non réglementaire	90
6.3.2.3.1.	Suivi de l'exposition avec les compteurs de particules	90
6.3.2.3.2.	Analyse de l'exposition avec la microscopie électronique à transmission	90
6.4.	Campagne 2 - Partenaire 6 – Fabrication additive	93
6.4.1.	Présentation de l'installation et des points de mesure.....	93
6.4.1.1.	Présentation de l'installation.....	93
6.4.1.2.	Présentation des points de mesure #1 et #1 bis.....	93
6.4.1.3.	Précisions sur ces machines de fabrication additive et dispositifs de filtration	95
6.4.2.	Présentation des résultats.....	97
6.4.2.1.	Les émissions canalisées par la machine M270	97
6.4.2.2.	Les émissions canalisées par la machine M280.....	99
7.	OPÉRATION DE RÉDUCTION DES ÉMISSIONS	100
7.1.	Définition de la stratégie	101
7.2.	Campagne 3 - Partenaire 2 – Projection thermique.....	101
7.2.1.	Présentation de l'installation avant modification et des points de mesure	102
7.2.1.1.	Présentation de l'installation	102
7.2.1.2.	Présentation des points de mesure #1, #1 bis, #2 et #2 bis	102
7.2.2.	Présentation de l'installation modifiée et des points de mesure	105
7.2.2.1.	Présentation de l'installation	105
7.2.2.2.	Présentation des points de mesure #1, #1 bis, #2 et #2 bis.....	107
7.2.3.	Présentation des résultats de l'installation avant modification.....	109
7.2.3.1.	Les émissions canalisées et la filtration.....	109
7.2.3.1.1.	Concentrations en nombre	109
7.2.3.1.2.	Granulométrie	109
7.2.3.1.3.	Microscopie électronique à transmission.....	110
7.2.3.1.4.	L'efficacité de filtration	113
7.2.4.	Présentation des résultats de l'installation après modification	113
7.2.4.1.	Les émissions canalisées et la filtration	113
7.2.4.1.1.	Concentrations en nombre.....	113
7.2.4.1.2.	Granulométrie.....	114
7.2.4.1.3.	Microscopie électronique à transmission.....	116
7.2.4.1.4.	Performance des revêtements	116
7.2.4.1.5.	L'efficacité de filtration	117
8.	DISCUSSION DES RÉSULTATS / PISTES D'AMÉLIORATION.....	119
8.1.1.	Projection thermique	119
8.1.2.	Atomisation de poudre	121
8.1.3.	Fabrication additive.....	122
9.	CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	125
	INDEX DES TABLEAUX ET FIGURES	128
	SIGLES ET ACRONYMES.....	134
	RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	135
	ANNEXE 1 : VALORISATION SCIENTIFIQUE DU PROJET	138

RÉSUMÉ

Les procédés métallurgiques à haute température utilisent des métaux le plus souvent sous forme de poudres micrométriques dans les processus de fabrication. Cependant, il est connu que ceux-ci engendrent la production de particules fines. La législation française impose la réduction des émissions de particules et de gaz sur les lieux de travail et dans l'environnement. Malgré cela, la nature et les caractéristiques de ces émissions pour ces procédés restent mal connues. Dans ce contexte, un certain nombre d'acteurs du secteur dont les membres de ce projet pointent la nécessité de développer une meilleure maîtrise des effluents (poudres, particules, gaz) issus de ces procédés de fabrication.

L'objectif principal du projet CaRPE était de se concentrer sur trois procédés (projection thermique, fabrication additive, atomisation) et d'en caractériser les rejets dans le but de mieux contrôler ces derniers. Ainsi, le projet s'est intéressé à différents types d'émissions. Les émissions canalisées dans les conduits d'évacuation ont été caractérisées en amont et en aval des systèmes de filtration et des efficacités de filtration évaluées. Le projet s'est également intéressé aux émissions diffuses à proximité des procédés de production, mais également à l'exposition des opérateurs sur site. Enfin, la pulvéulence des poudres initiales et des poudres produites a été évaluée dans un cas. Dans le cadre du projet CaRPE, plusieurs sites ont été sélectionnés pour caractériser les différents types d'émission tels qu'indiqués ci-dessus. C'est ainsi que 3 campagnes de mesures utilisant un large panel d'instruments dédiés à la mesure des gaz et des particules ont été menées sur ces sites.

Les résultats ont mis en évidence dans certains cas, la production de particules nanostructurées. Malgré des efficacités de filtration élevées, certains procédés laissent échapper des nanoparticules avec des concentrations en nombre non négligeables dans l'environnement. Des événements d'émission diffuse ont pu être observés dans certains cas. Enfin, certains opérateurs se retrouvent potentiellement exposés à différents stades de la production.

En conclusion, plusieurs voies d'amélioration ont pu être mises en évidence. Le renforcement des dispositifs de filtration peut améliorer le rejet dans l'environnement. Le respect de bonnes pratiques ainsi que des éléments de protection respiratoire collective et individuelle adéquats peuvent réduire les émissions diffuses et l'exposition des opérateurs. Dans le cadre du projet, des expériences d'amélioration de captation des particules ont également été menées.

En perspective, la connaissance des morphologies, tailles, structures des particules devrait aider les industriels du secteur à dimensionner correctement leur système de filtration et éviter ainsi toute pollution. Il reste probablement encore un travail à approfondir pour éviter le plus possible l'émission non maîtrisée de particules aux postes de travail et dans l'environnement.

ABSTRACT

High temperature metallurgical processes use metals most of the time in powder form in the manufacturing process. However, it is well known that these generate fine particle production. The French regulation tend to enforce particle and gas emission reduction in the workplace and the environment. In spite of this requirement, the nature of these emissions is not well known yet. In this context, many stakeholders of this sector of which the members of this project underline the necessity to master the effluent flow (powders, particles, gas) originating from the manufacturing processes.

The main objective of this project was to focus on three processes (Thermal spraying, additive manufacturing, atomization) and to characterize the waste stream to better control it. Thus, different kind of emissions were broached in the project. Channelled emissions were characterized upstream and downstream the filtering system and filtration efficiency was assessed. Diffuse emissions were dealt with in the vicinity of the production processes. Operator exposure was also considered. Eventually, the dustiness of the initial powder and that of the produced particles was measured and the two compared. In the framework of the CaRPE project, several sites were selected to characterize different kind of emissions as indicated above. Three measurement campaigns resorting to a full panel of instruments dedicated to particle and gas detection were carried out on these sites.

Results evidence in some cases production of nanostructured particles. Despite a rather high filtering efficiency, some processes release nanoparticles with high number concentrations in the environment. Diffuse emissions were observed in certain cases. Lastly, some of the operators are possibly exposed to nanoparticles at different stages of the production.

In conclusion, several improvements have been identified. The improvement of the filtration system could help controlling release at stack emission. Good manufacturing practices and use of protective equipment both collective and individual could reduce diffuse emissions and worker exposure. In the framework of this project, experiments aiming at improving particle collection were also carried out.

In view of future developments, knowledge of the morphologies, sizes, and structures of the particles should help the manufacturer dimensioning the filtration systems and avoiding pollution. Work remains to be done to avoid as much as possible particle release to the environment, diffuse emissions, and operator exposure.

1. Contexte, objectifs et organisation du projet

1.1. Contexte général

Les procédés métallurgiques à haute température (atomisation, projection thermique et fabrication additive) recourent à des poudres dans leur processus de fabrication qui génère la production de particules nanométriques métalliques [1] [2]. A ce jour, il y a un manque de connaissance sur les propriétés de ces émissions et la manière dont elles doivent être traitées (captation, confinement...) et ce malgré les conséquences bien documentées des particules ultrafines sur la santé. Ces particules peuvent en effet être inhalées dans le cas où les systèmes de protection individuelle et de captation font défaut [3]. La réduction des émissions gazeuse est particulière dans l'environnement et particulièrement importante dans la filière industrielle française utilisant des procédés métallurgiques à base de poudres. Parmi tous les procédés existants, la projection thermique est probablement celle qui présente le plus grand nombre de configurations à la fois en termes de sources d'énergie (plasma, flamme, arc électrique) et de matériaux utilisés (métaux, céramiques, polymères, composites etc.). Le principe de cette technologie est de combiner une source thermique avec un gaz et de fondre un matériau précurseur habituellement sous la forme de poudres micrométriques. Les particules ainsi fondues par la source de chaleur sont alors projetées vers un substrat (ou pièce à traiter). Un autre procédé métallurgique à base de poudre dont l'utilisation est croissante est la fabrication additive, en particulier la fusion laser sur lit de poudre (SLM : Selective Laser Melting). La source d'énergie est un faisceau laser utilisé pour fondre les poudres. Ce procédé génère des vapeurs métalliques. Les opérations sont menées dans une chambre fermée pendant la phase de production. Le point commun de ces deux techniques est l'utilisation de poudres comme matériau de base. Dans le cas des métaux, une méthode pour fabriquer ces poudres à partir d'un bain de métal fondu est l'atomisation. Différentes méthodes peuvent être utilisées. Il peut s'agir de souffler un jet de gaz à la surface du bain, ou alors souffler un jet de métal fondu entouré d'un gaz froid au travers d'une buse. Dans les deux cas, des gouttelettes sont générées et celles-ci se solidifient rapidement pour former des poudres.

Quel que soit le procédé utilisé parmi les trois étudiés dans ce projet, il y a toujours un système de captation et d'évacuation permettant de collecter/traiter les particules produites sur les sites industriels. Cependant, il existe peu d'informations sur les performances de ces systèmes. De plus, les caractéristiques de ces émissions sont très mal connues. Par ailleurs, la problématique des émissions de gaz et de particules ne concerne pas que le cœur du procédé. L'enjeu est de prendre en compte l'ensemble de la chaîne de fabrication notamment les étapes de pré- et post-procédé. C'est pourquoi ce projet vise à documenter les connaissances scientifiques et industrielles sur les différentes émissions de ces procédés, en considérant toute la chaîne de fabrication de la poudre (précurseur) jusqu'au produit final. Les différentes zones et actions existantes susceptibles d'engendrer des émissions, ont été recherchées, caractérisées puis évaluées en matière de captage/confinement et traitement des effluents, afin de connaître et de discuter l'efficacité globale de prise en charge des effluents. La pulvérulence des poudres a également été prise en compte. Enfin, le développement ou la modification/optimisation d'un système a été mené(e) pour une des trois installations.

1.2. Contexte environnemental et enjeux économiques et sociétaux

Ce projet s'est consacré à trois technologies de métallurgie des poudres : atomisation de poudres métalliques, projection thermique et fabrication additive. Le point commun entre celles-ci, outre le facteur poudre, est la présence d'un état de fusion de la matière atteint à un moment donné du procédé pour fabriquer la poudre, le revêtement ou la pièce.

A ce principe de base correspond tout un panel de procédés et d'applications, d'ores et déjà largement implantés en France dans différents secteurs de la recherche et de l'industrie, à la fois en préproduction (prototypage), en production et en post-production (réparation/remplacement).

Ce secteur d'activité est particulièrement dynamique, et il présente un potentiel important en matière de développement durable (produits plus légers, plus solides ; développement des possibilités de maintenance et réparation, etc.). Dans le domaine des transports, la projection thermique commence à bien s'implanter dans le cas de traitement de différentes pièces techniques. Les chemises en fonte de moteur commencent à être remplacées par des revêtements réalisés par projection thermique (auto, moto, camion, bateau, etc.) pour diminuer le poids, améliorer les échanges thermiques notamment [4]. Dans le secteur aéronautique, de nombreuses pièces sont traitées par projection thermique comme les trains d'atterrissage, les aubes de turbines, etc. [5]. Le potentiel d'application de la projection thermique dans d'autres secteurs est en développement (énergie, pétrochimie, biomédical, électronique, etc.).

Un certain nombre d'acteurs, notamment ceux à l'origine du présent projet, pointe la nécessité de développer la maîtrise des effluents (poudres, particules, gaz) issus de ces procédés. En effet, même si les professionnels de ce domaine s'efforcent de respecter les diverses réglementations en place, il n'en demeure pas moins qu'ils ont le sentiment d'être dans de nombreux cas en présence d'émissions diffuses, dont la quantité, la nature, l'occurrence et la prise en charge nécessiteraient d'être étudiées/considérées de manière spécifique. Différents travaux menés notamment par le biais de mesures d'exposition professionnelle illustrent et confirment cette analyse. Ainsi, dans le cas de la projection thermique, le procédé génère des particules métalliques, le plus souvent oxydées et parfois de taille nanoparticulaire [6], sachant que le rendement moyen de projection est compris entre 50% et 99% en fonction du procédé. La projection thermique nécessite, dans certaines situations, d'utiliser des matériaux dangereux pour la santé (chrome, nickel, aluminium, cobalt, cadmium...) qui peuvent se retrouver dans les organes du corps des opérateurs [7]. Le type d'installations dépend du procédé mis en œuvre : on relève une part importante d'appareils portatifs (majoritaires), le matériel étant dans les autres cas mis en œuvre dans des cabines, confinées ou non-confinées [6]. Également, en fonction du procédé utilisé et notamment de la source d'énergie, différents gaz sont nécessaires tels que l'argon, l'azote, l'hydrogène, l'oxygène, l'acétylène, le méthane et/ou kérosène. Une fois la flamme ou le plasma initiés, des réactions se produisent (ionisation, recombinaison, combustion, etc.) et d'autres composés pourraient se former (CO, CO₂, NO, etc.) [8]. Par ailleurs, les nanoparticules constitueraient une part importante des émissions. Pour l'heure, la matière première, lorsqu'elle est divisée, se trouverait majoritairement sous une forme micrométrique. La question de sa pulvéulence doit cependant être posée.

Comme indiqué précédemment, ces technologies ne se limitent pas au domaine de l'industrie et de la recherche. C'est le cas de la fabrication additive qui tend à se diffuser vers le grand public via notamment des structures ouvertes au public tels que les FabLab où il est mis à disposition des outils pour la conception et la fabrication d'objets. Il est présent sur 8 sites différents, parmi lesquels une Maison des Associations ; l'impression 3D figure dans les outils disponibles. On relève également que des magasins grand public vendent des imprimantes 3D à destination de la population générale non professionnelle. Cela permet à des amateurs, de fabriquer des pièces à façon, ceci à leur domicile.

En conclusion, il est donc établi que ce mode de diffusion de technologies émissives concerne le grand public et constitue un enjeu pour la qualité de l'air intérieur. Également, le développement de la partie métallique de cette technologie dans les entreprises accentue le devoir de contrôle sur les émissions.

Le marché de la fabrication additive croît de 20% par an et fait partie des technologies clés pour préparer l'industrie du futur. Le nombre de machines vendues dans le monde à moins de 5 000 \$ est passé de 80 000 en 2013 à 160 000 en 2014 puis près de 280 000 en 2015 [9]. La part de marché des pièces métalliques tendra à augmenter de 14% en 2015 à plus de 28% en 2025 [10].

1.3. Positionnement du projet

Le projet CaRPE propose de se focaliser sur les 3 procédés suivants :

- **La projection thermique** : cette technique fait partie de la famille des traitements de surface par voie sèche. Le principe consiste à projeter, à l'aide d'une source thermique et cinétique composé de gaz, un matériau d'apport sur un support pour en modifier les propriétés.

Différents procédés existent et ceux-ci sont choisis entre autres en fonction du matériau à utiliser (qui lui dépend de l'application du revêtement : anti-corrosion, anti-usure, rechargement, réduction des frottements, isolation thermique ou électrique, etc.), de la nature du substrat, etc. [5]. Les différents systèmes sont la projection plasma atmosphérique et sous atmosphère contrôlée, la projection flamme, la projection arc fil, la projection à froid.

- **L'atomisation de poudres** : le principe de l'atomisation est la pulvérisation en fines gouttelettes d'un bain ou d'un filet de matière en fusion grâce à un jet de gaz sous haute pression. Les gouttelettes générées se solidifient avant d'être récupérées pour donner la poudre.
- **La fabrication additive** : cette famille de procédés comprend différentes techniques en fonction de l'état (solide, liquide) et de la nature (plastique, polymère, métal, etc.) du matériau d'apport. Dans le cas de ce projet, le procédé de fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre (SLM : Selective Laser Melting) consiste à déposer sur une plaque support un lit de poudre d'épaisseur de quelques dizaines de micromètres, puis de fondre localement cette poudre avec un spot laser selon les paramètres géométriques définis à partir d'un fichier CAO de la pièce finale. La poudre fondue est solidifiée rapidement formant des cordons de matière solide. A la fin de cette étape, un nouveau lit de poudre est déposé pour élaborer une autre strate de matière. Ceci se répète jusqu'au produit fini.

En termes de choix et de stratégie, le projet CaRPE a porté prioritairement son effort sur la projection thermique. L'atomisation de poudres et la fabrication additive ont été abordées de manière plus succincte, l'objectif étant de disposer d'une vue d'ensemble préliminaire.

Ce choix s'explique d'une part par l'usage relativement répandu et la diversité de la projection thermique, la fabrication additive étant à l'opposé relativement récente et étant l'objet de futurs projets spécifiques. La projection thermique peut se présenter sous différents aspects : cela peut prendre la forme d'une enceinte robotisée confinée ou non, mais aussi la forme d'un équipement portatif [11]. Cela induit des émissions bien différentes si la captation n'est pas en adéquation avec l'aérosol à traiter. L'éventail de matériaux pouvant être utilisé est très grand (métaux, alliages, céramiques, composites, polymères, etc.) ce qui multiplie les composés pouvant être formés en fonction du procédé utilisé (plasma, flamme, arc électrique), de la granulométrie de la poudre initiale (du micrométrique au sub-micrométrique) et de l'atmosphère environnant le procédé (air, gaz neutre, vide, etc.). Les études menées jusqu'à présent ont été faites sur un couple matériau/procédé et ont tout de même montré la nature ultra fine et concentrée que peuvent avoir les particules dans les émissions par projection thermique. C'est pourquoi il est important de fournir davantage d'informations sur les différentes formes que peuvent prendre les émissions et leur lien potentiel avec les paramètres du procédé.

Le projet CaRPE s'appuie sur l'étude INRS [12] réalisée sur la situation française en matière d'utilisation des procédés et matériaux pour étudier les différentes émissions associées (canalisées et diffuses) afin de documenter la communauté scientifique et industrielle.

Des voies d'amélioration ont été recherchées, tant au niveau du procédé lui-même qu'au niveau de la prise en charge de ses effluents. En jouant sur les paramètres de projection, peut-être est-il possible de réduire les émissions et modifier par exemple la granulométrie des particules émises, sans dénaturer le revêtement bien entendu. Également, est-il possible de concevoir un dispositif de captage des émissions qui puisse s'adapter aux contraintes techniques industrielles ? Habituellement, la captation des émissions est fixe quels que soient la géométrie de la pièce à revêtir et le mouvement du procédé de projection monté sur un robot ou porté par l'opérateur. En effet, un dispositif amovible comprenant plusieurs éléments dissociables et modulables seraient une avancée significative dans le domaine de la captation pour réduire les émissions avec ces procédés.

Il est à noter que le projet a cherché à prendre en compte l'ensemble du processus, qu'il s'agisse de la fabrication de la poudre, d'une pièce ou d'un revêtement. Pour cela, les actions du projet dédiées à la caractérisation des émissions particulières bénéficiera des méthodes développées et aguerries dans des projets ADEME tels que GAEC et NanoFlueGas, s'agissant tout particulièrement du prélèvement et de l'analyse de la nanostructure.

Les procédés sélectionnés relèvent au premier chef de 2 BREF (Ferrous Metals Processing Industry - FMP et Non-Ferrous Metals Industry - NFM), et au second chef de 2 autres BREF (Ceramic Manufacturing Industry - CER et Surface Treatment Of Metals and Plastics - STM) :

- PROJECTION THERMIQUE
 - ✓ CER : fabrication de revêtements céramiques sur des pièces à partir de poudres
 - ✓ FMP : réalisation de dépôts métalliques dont tous les alliages de fer
 - ✓ NFM : réalisation de dépôts métalliques (Cu, Al, etc.)
 - ✓ STM : traitement de surfaces dont les métaux
- ATOMISATION DE POUDRES METALLIQUES
 - ✓ SF : fabrication de poudres (dont alliages fer) à partir d'un métal à l'état liquide puis atomisation pour former la poudre
 - ✓ NFM : fabrication de poudres (Cu, Al, etc.) à partir d'un métal à l'état liquide puis atomisation pour former la poudre
- FABRICATION ADDITIVE
 - ✓ FMP : fusion du lit de poudre (alliages de fer possible) pour fabriquer la pièce massive
 - ✓ NFM : fusion du lit de poudre (CoCr) pour fabriquer la pièce massive

1.4. Objectifs du projet

Les objectifs du projet CaRPE sont de mieux cerner les émissions des procédés métallurgiques tels que la projection thermique, l'atomisation et la fabrication additive et de voir dans quelle mesure il est possible de réduire celles-ci en agissant en amont sur les procédés et en aval sur les systèmes de captation. Les mesures à mettre en place pour protéger les personnels et l'environnement ont également été étudiées.

Pour répondre à ces objectifs, le projet CaRPE a consisté à :

1. « Documenter l'existant ... », s'appuyer sur l'étude de l'INRS (notes techniques 2014 - Projection thermique état des lieux en 2012) réalisée sur la situation française en matière d'utilisation des procédés et matériaux pour étudier les différentes émissions associées (canalisées et diffuses) afin de documenter la communauté scientifique et industrielle. Mais également de caractériser des procédés en développement actuellement comme la projection plasma de suspensions.
2. « Rechercher des voies d'amélioration... », au niveau du procédé et de la prise en charge de ses effluents. En travaillant sur les paramètres de projection de façon à réduire les émissions et modifier par exemple la granulométrie des particules émises sans dénaturer le revêtement. Mais également d'étudier la conception d'un dispositif de captage des émissions qui puisse s'adapter aux contraintes techniques industriels. Les dispositifs actuels étant fixe quels que soient la géométrie de la pièce à revêtir et le mouvement du procédé de projection monté sur le robot ou porté par l'opérateur. En ce sens, le développement d'un dispositif modulable et dissociable pourrait être une avancée dans le domaine de la captation pour réduire les émissions des procédés.

Le projet CaRPE contribue au développement et à la mise en œuvre de meilleures techniques disponibles ciblant les particules, mais aussi les polluants gazeux pouvant être émis par les procédés retenus par le projet. Il a également généré des connaissances sur les émissions de nanoparticules, avec là-aussi une contribution sur l'amélioration de la gestion des effluents. Par ailleurs, dans une moindre mesure, il est à noter que des éclairages très utiles sur la question de la fabrication additive qui constitue également un thème d'attention en matière de qualité de l'air intérieur ont été apportés.

Les principaux attendus du projet sont les suivants :

- Mener un travail exploratoire sur le lien entre d'une part les principes physiques des procédés, et d'autre part les propriétés physico-chimiques des émissions ; rechercher des leviers potentiels, et les tester de manière préliminaire ;
- Constituer une vue d'ensemble de la filière française, dans le but de relever les principales caractéristiques en matière de gestion des effluents ;
- Constituer une vue d'ensemble sur la base de visites sur site, d'analyse de procédés (dont protocoles), et mener à des recommandations en matière de maîtrise des émissions, en prenant soin que les suggestions prennent en compte les contraintes en matière de risque accidentel ;
- Mener un travail de caractérisation des émissions, incluant des essais paramétriques facilitant la recherche de solutions d'amélioration ;
- Sélectionner 1 à 3 scénarios d'amélioration, les mettre en œuvre et les évaluer ;
- Permettre de faire connaître les travaux par une stratégie de valorisation scientifique, de sensibiliser les chercheurs aux enjeux environnementaux, et de faire valider par les pairs les résultats de la recherche ;
- Mener des actions de dissémination des résultats à l'intention de la communauté des utilisateurs de procédés, afin de les sensibiliser aux enjeux, et de porter à leur connaissance les possibilités d'amélioration mises à jour dans le projet.

1.5. Organisation du projet

La réalisation du projet CarPE a mobilisé plusieurs partenaires. L'organigramme du projet est présenté sur la Figure 1.

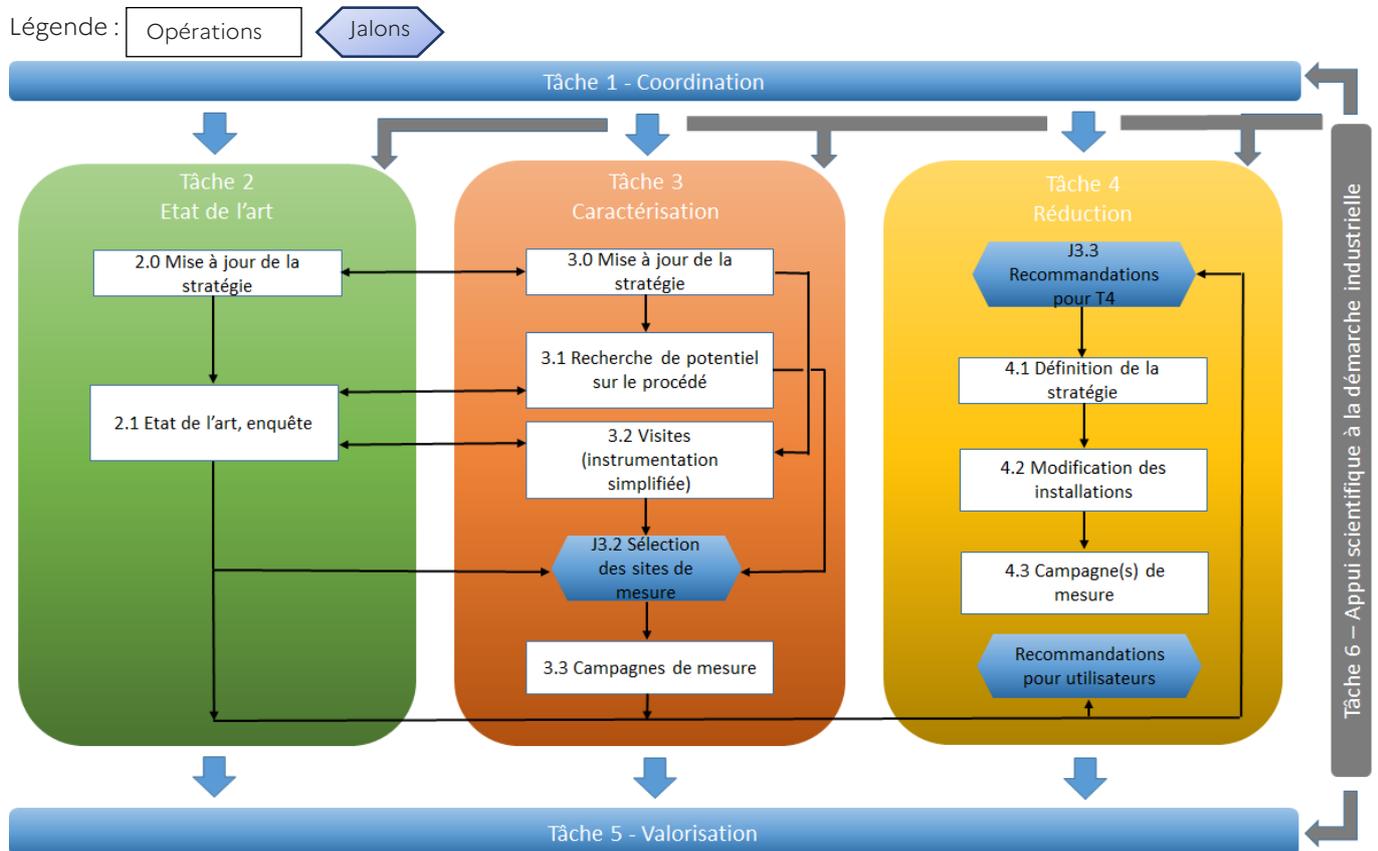


Figure 1 : Organigramme du projet CarPE

Les différents partenaires sont :

- **Partenaire 1** est un établissement public à caractère industriel et commercial reconnu comme un expert public français pour la maîtrise des risques technologiques. Ses missions sont d'évaluer et de prévenir les risques accidentels ou chroniques pour l'homme et l'environnement liés aux installations industrielles, aux substances chimiques et aux exploitations souterraines. Le partenaire 1 coordonne ce projet et trois unités interviennent : pour les rejets canalisés, pour les autres sources d'émission, pour le management des risques et les problèmes ATEX.
- **Partenaire 2** est un établissement public d'enseignement supérieur. La recherche du département du partenaire 2 participant à ce projet est dédiée au développement de matériaux structuraux, à la fabrication de poudres, à la fabrication additive et à la fabrication de revêtements par projection thermique et autres techniques annexes (laser, systèmes cryogéniques, etc.).
- **Partenaire 3** est un établissement public d'enseignement supérieur. La contribution du partenaire 3 dans le cadre de ce projet CaRPE s'appuie sur ses compétences en matière de caractérisation / mise en œuvre des poudres, mais aussi de réalisation d'états de l'art, et de valorisation scientifique et technique.
- **Partenaire 4** est un acteur majeur du traitement de surface depuis bientôt 50 ans. Sa force réside dans la maîtrise de solutions multi-revêtements destinés aux industries aéronautiques, militaire, énergie, transport, luxe/biomédical et chimie.
- **Partenaire 5** a toujours été un acteur responsable depuis plus de 20 ans dans la conception de systèmes en réalisant dans le secteur industriel des installations de dépollution de l'air économes en énergie.
- **Partenaire 6** est spécialisée dans la fabrication additive de pièces métalliques en utilisant le procédé de fusion laser sur lit de poudre (SLM : Selective Laser Melting).
- **Partenaire 7** est reconnu en tant que leader dans le domaine de la fabrication de pigments d'aluminium et de l'atomisation de poudres.
- **Partenaire 8** a développé un analyseur de gaz portable permettant de quantifier en temps réel des espèces d'intérêt directement au point d'échantillonnage.

La répartition des tâches entre les partenaires se déroule comme suit.

L'état de l'art est animé par des universitaires (partenaires 2 et 3), et tire profit de l'expérience d'utilisateurs de procédés (partenaires 2, 4, 6 et 7), ainsi que d'un spécialiste de la gestion des effluents (partenaire 5).

Le travail de fond sur les procédés s'appuie sur des compétences amont en génie des procédés (partenaires 2 et 3), sur les connaissances des utilisateurs, et sur des spécialistes des poudres et de la pulvérulence (partenaires 1 et 3).

Les relevés (observations) sur le terrain sont dirigés par des spécialistes des émissions (partenaire 1 pour les rejets canalisés) et de l'analyse des installations (partenaire 1 pour le management des risques et les problèmes ATEX.), en collaboration avec des métrologues (partenaire 1 pour les autres sources d'émission ; partenaire 8). Ces relevés bénéficient des installations apportées par les 4 partenaires utilisateurs de procédés.

Le travail sur les améliorations bénéficie de l'ensemble des compétences, avec le rôle clé des partenaires 2 et 5.

2. Description des procédés métallurgiques

Dans ce chapitre, les différents procédés rencontrés dans le projet CaRPE sont décrits et leur principe de fonctionnement explicité.

2.1. Description des procédés de projection thermique

2.1.1. Principe général de la projection thermique

La projection thermique consiste à utiliser une source d'énergie thermique et cinétique en vue de fondre un matériau (sous forme initiale de fil ou de poudre) et de l'accélérer vers un substrat. A noter que la projection dite à froid est basée uniquement sur la déformation du matériau. Lors de l'impact, les particules fondues vont se déformer, s'étaler et se refroidir pour former des lamelles. La construction du revêtement résulte de l'empilement de ces lamelles ainsi formées.

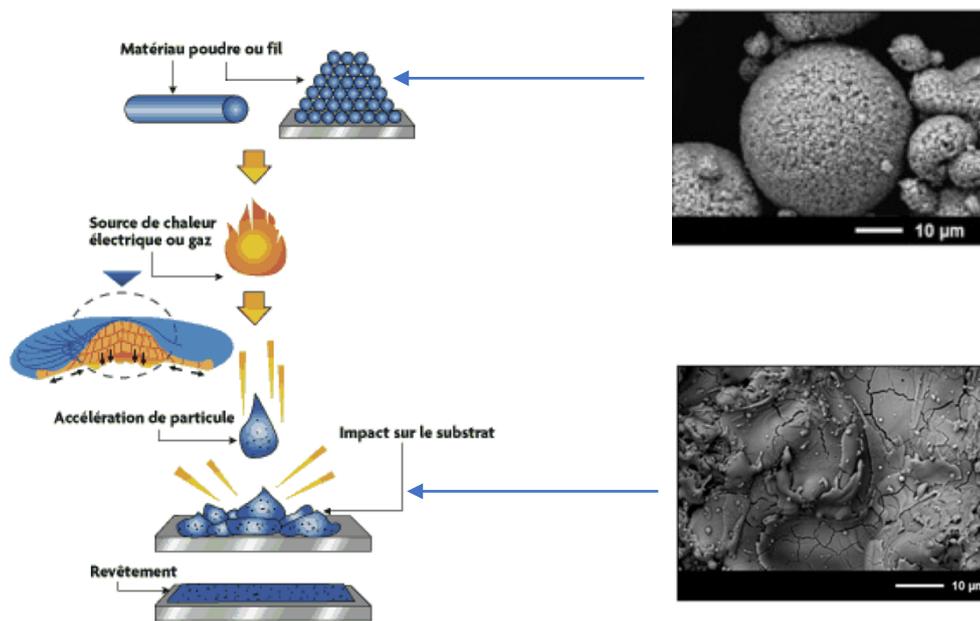


Figure 2 : Principe de la projection thermique [12]

La projection thermique est une famille de procédé de traitements de surface par voie sèche. Elle permet de réaliser des revêtements avec une grande gamme de matériaux et elle est utilisée dans de nombreuses industries telles que le transport, l'énergie, la biomédecine, l'électronique, etc. [13] [14].

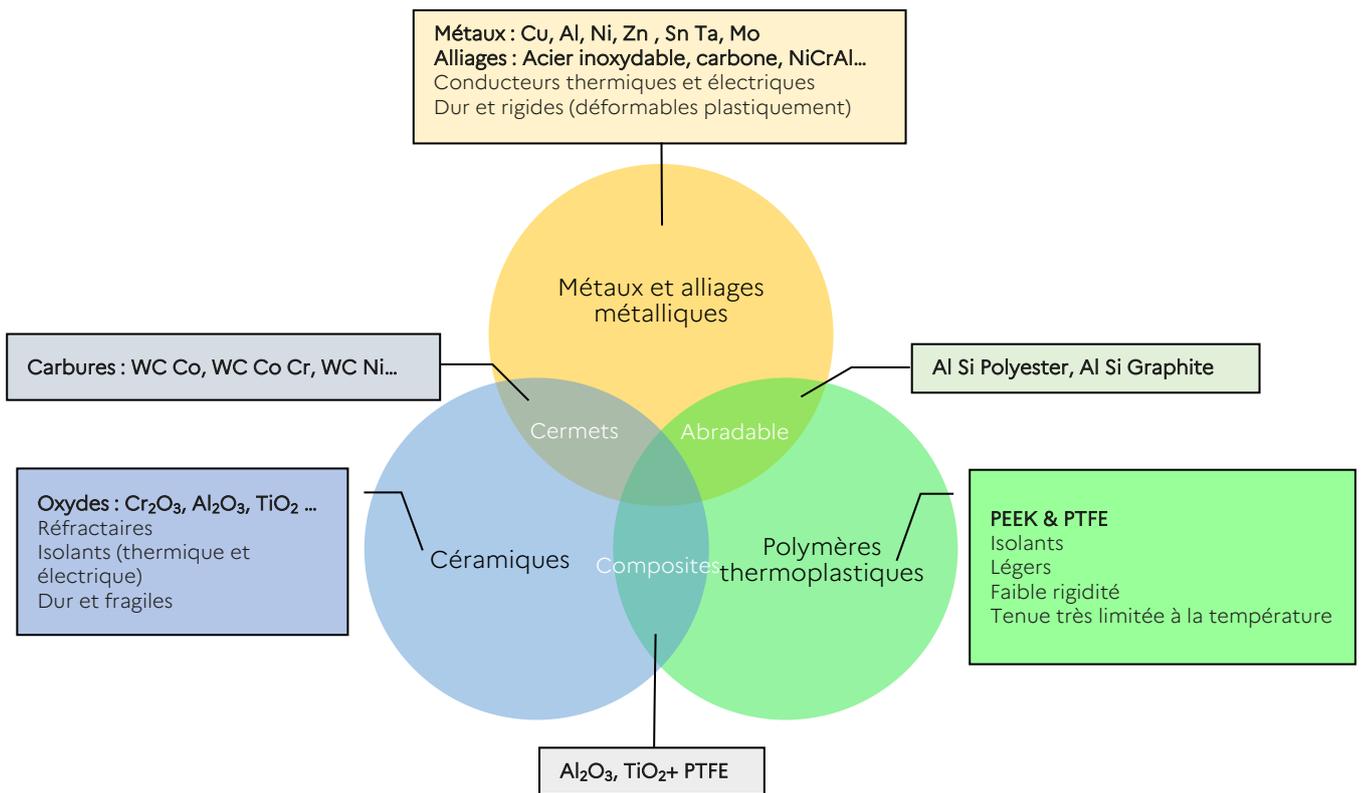


Figure 3 : Les familles de matériaux utilisés en projection thermique [12]

Les différents procédés en projection thermique sont définis principalement par la source d'énergie mise en œuvre (i.e. combustion, décharge électrique) et se caractérisent par des gammes de températures et vitesses de particules et de gaz différentes. Le procédé est conditionné par des transferts thermiques et/ou cinétiques entre le matériau projeté et la source de chauffage utilisée.

La construction du revêtement résulte de l'empilement des particules sur le substrat. L'équilibre entre l'énergie cinétique et thermique des particules est prépondérant pour la qualité du revêtement.

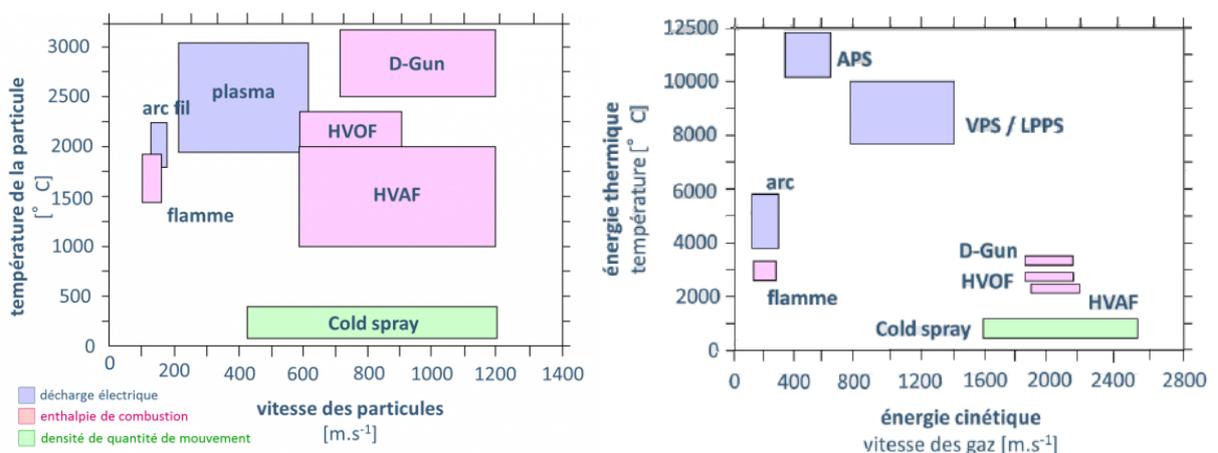


Figure 4 : Les spécifications des différents procédés en projection thermique (Source partenaire 2)

Caractéristiques	Flamme-fil	Cold Spray	Arc électrique	Plasma	HVOF
Source de chaleur	Flamme oxyacétylénique	Résistance électrique	Arc électrique	Mélange argon / hélium ou argon / hélium et arc ionisant	Flamme oxygène / kérosène
Température de flamme (°C)	3000	400 - 900	3000 – 4000	12000 - 16000	2500 - 300
Forme du produit d'apport	Fil pur ou enrobé	Poudre fine	Fil conducteur	Poudre	Poudre fine
Transport des particules	Air comprimé	Air haute pression > 30 bars	Air comprimé	Gaz porteur argon + flamme plasma	Gaz porteur argon + flamme OxyFuel
Vitesses des particules (m/s)	80 - 200	800 - 1200	150 – 200	400 - 600	700 - 1000
Taux horaire de dépôt (kg/h)	1 à 20	5 à 30	20 à 40	1 à 4	3 à 5
Rendement de la torche (%)	50 - 70	Jusqu'à 90 selon poudre	60 – 80	40 à 60	70
Adhérence au substrat (Mpa)	20 à 40	20 à 40	40 à 70	30 à 70	50 à 80
Taux de porosité (%)	10 à 20	0,5 à 2	5 à 15	1 à 15	0,5 à 2
Epaisseur courantes (mm)	0,1 à 1,5	0,1 à plusieurs mm	0,1 à 3	0,05 à 1,5	0,05 à 1
Exemple de matériaux	Métaux, céramiques et carbures	Métaux, ductiles et CMM à matrice ductile	Métaux, ductiles et conducteurs	Métaux, céramiques et carbures	Métaux et carbures

Figure 5 : Comparaison des différents procédés de projection thermique (Source partenaire 4)

Les installations de projection thermique sont de 2 types :

- Les installations « portatives » : procédés flamme poudre/fil et arc électrique ;



Figure 6 : Exemple de procédés flamme (Source partenaire 2)

- Les cabines ouvertes et fermées.

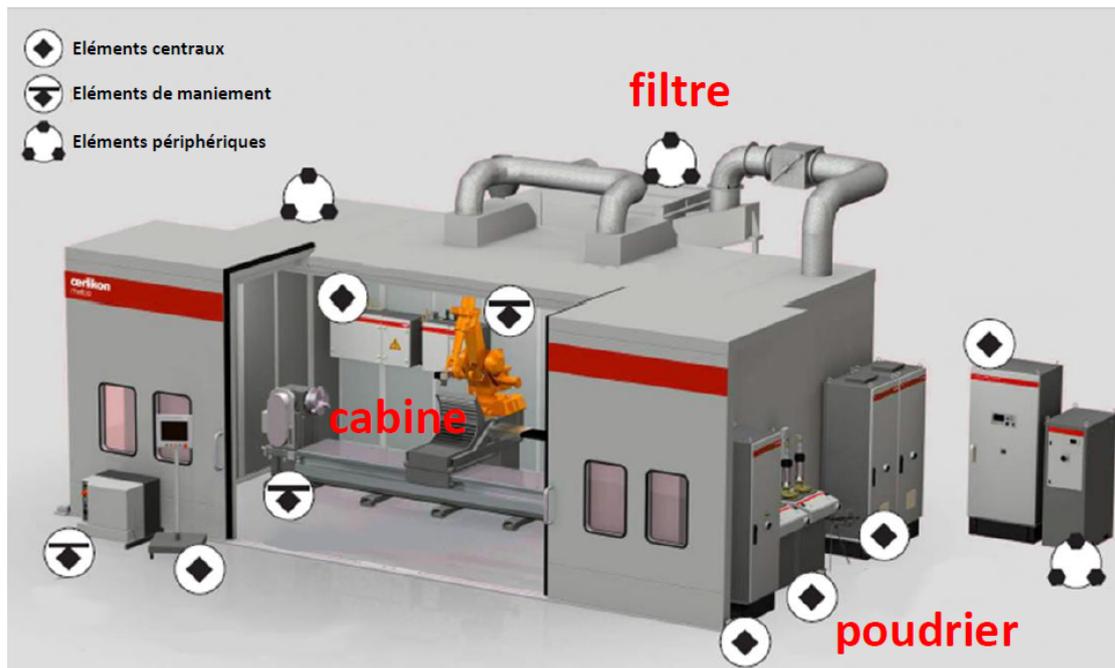


Figure 7 : Présentation d'une cabine de projection thermique (Source partenaire 2)

Les installations de projections thermiques à plasma ou HVOF sont dans des cabines fermées. Celles-ci permettent de protéger les opérateurs des rayonnements UV, du bruit et de la chaleur émise lors des phases de production.

Au niveau de la cabine, on trouve à :

- L'extérieur, les dispositifs de commande et le poudrier.
- L'intérieur, le robot supportant le dispositif de projection, le support ou tour pour le substrat ainsi que le panneau aspirant permettant une captation des particules et gaz à la source lors des différentes phases de production.

2.1.2. Description de la projection thermique à plasma

Une torche de projection plasma sous air à la pression atmosphérique (APS) et à courant continu est utilisée comme une source d'énergie et de quantité de mouvement pour fondre et projeter des poudres sur un substrat. Un arc à fort courant électrique est créé dans une tuyère cylindrique servant d'anode où circulent des gaz plasmagènes, produisant un plasma thermique à forte valeur d'enthalpie. Les variations d'enthalpie sont principalement dues à la chaleur libérée par la dissociation de l'hydrogène et l'ionisation des différents gaz argon ou azote et hydrogène ou hélium. Les particules injectées ont une distribution granulométrique étroite, généralement comprise entre 22 et 45 μm de diamètre. A l'intérieur du plasma, les particules sont chauffées, fondues tout en étant accélérées pour être déposées sur un substrat. Le dépôt est formé d'un empilement de lamelles résultant de l'écrasement et de la solidification de particules projetées.

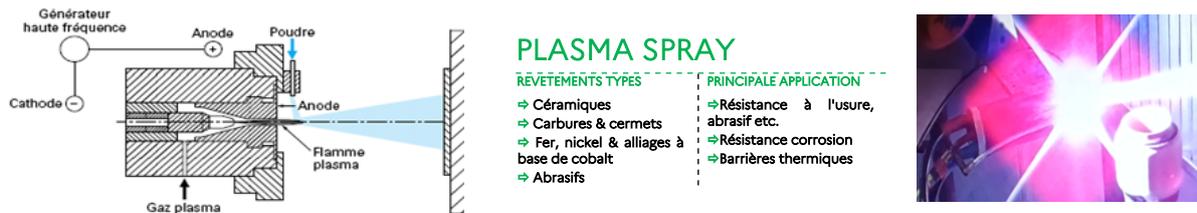


Figure 8 : Schéma de principe de la torche plasma (source partenaires 2 et 4)

2.1.3. Description de la projection thermique HOVF (High Velocity Oxygen Fuel)

Ce procédé consiste à utiliser comme énergie une réaction chimique de combustion. En fonction de la propagation de la réaction chimique différentes techniques sont utilisées : la projection flamme conventionnelle avec une vitesse d'éjection des gaz de l'ordre de 100 à 150 m/s et la projection flamme à haute vitesse dite HVOF basée sur la combustion continue de gaz introduits sous pression à fort débit à travers un divergent de type Laval, ce qui conduit à une vitesse d'éjection variant entre 1500 et 2500 m/s induisant une plus grande compacité et adhérence des dépôts.



Figure 9 : Schéma de principe de la torche HVOF (source partenaires 2 et 4)

2.1.4. Description de la projection thermique à plasma sous vide (VPS)

Le principe est le même que la projection atmosphérique conventionnelle avec l'utilisation d'une torche plasma, mais celle-ci est placée dans une enceinte confinée et étanche où la pression peut être diminuée et où l'air peut être remplacé par un gaz inerte (argon). Dans le cas de ce procédé, les pressions de travail sont de 3 à 30 kPa. Le milieu neutre est associé à l'atmosphère contrôlée en oxygène et en pression ce qui permet d'obtenir des dépôts exempts d'oxydes.

La forte détente des gaz dans le divergent de la torche (différence de pression entre le col de la tuyère et la chambre) résulte en une accélération de l'écoulement du plasma, et par conséquent des particules, ce qui permet de réaliser des dépôts très denses.

2.2. Description des procédés de fabrication additive

2.2.1. Principe général de la fabrication additive

La fabrication additive est un procédé de création d'objets tridimensionnels dans un environnement de conception assistée par ordinateur (CAO). Ce procédé est dit additif, car la fabrication des objets est réalisée par addition de matière en couches successives.

Les normes ISO/ASTM 52900 :2021 et la collection ISO 17296-2 à 4 : 2015, définissent sept grandes familles de procédés de fabrication additive.

Procédé	Description succincte du procédé	Matières utilisées et exemple
Dépôt de matière sous énergie concentrée Faisceau d'électrons ou Electron Beam Melting	L'énergie thermique (laser ou faisceau d'électrons) focalisée fait fondre les matériaux au fur et à mesure qu'ils se déposent	Poudres plastiques (polyamides) Poudres ou fils métalliques (alliages titane, cobalt-chrome, nickel, aluminium, inox)
Extrusion de matière Fusé Deposition Modeling - FDM© ou FFF	Matériau distribué de manière sélective par une buse, un jet ou à travers un orifice	Polymères thermoplastiques (ABS, PLA, PET, PC PEEK) Matériaux céramiques (ciment, sable de fonderie)
Fusion sur lit de poudre Laser Bed Melting	L'énergie thermique (frittage laser ou DMLS et SLS ou faisceau d'électrons) fait fondre de manière sélective le matériau de fabrication poudre ou de métal	Poudres plastiques (polyamides) Poudres (alliages titane, cobalt-chrome, nickel, aluminium, inox) Matériaux céramiques (ciment, sable de fonderie, alumine, zircone, nitrure de silicium)
Photopolymérisation en cuve Stéréolithographie ou Vat Photopolymerisation (SLA)	Un photopolymère liquide est plongé dans une cuve est durci de manière sélective par un rayonnement spécifique	Photopolymères liquides (acryliques, polyuréthanes, résines époxy, polyéthylène glycol...) Matériaux céramiques (zircone, nitrure de silicium)
Projection de liant Blinder jetting	Un agent de liaison liquide est déposé de manière sélective pour lier/agglutiner des matériaux en poudre	Poly (acide acrylique), polyuréthanes, copolymères styrèneacrylate, cyanoacrylate de méthyle, polyamides Polymères thermoplastiques (ABS, PLA, PET, PC PEEK) Poudres ou fils métalliques (alliages titane, cobalt-chrome, nickel, aluminium, inox)
Projection de matière Material jetting	Des gouttelettes du matériau fabriqué sont déposées de manière sélective	Photopolymères liquides (acryliques, polyuréthanes, résines époxy, polyéthylène glycol...)
Stratification en couches Sheet lamination	Les couches de matériau sont liées entre elles pour former un objet	Feuilles papier ou plastique Polymères thermoplastiques (ABS, PLA, PET, PC PEEK)

Figure 10 : Les principales technologies des procédés de fabrication additives (source collection ISO 17296-2 à 4 :2015)

2.2.2. Description du procédé de fabrication additive SLM

Le procédé de fabrication additive par technique de fusion laser sur lit de poudre (SLM : Selective Laser Melting) consiste à fusionner avec un laser de fines particules de poudre métallique dans une atmosphère inerte d'azote en déposant horizontalement des couches de poudre métallique acier (e.g. acier 15-5 PH) sur les précédentes afin de façonner des pièces métalliques souhaitées.

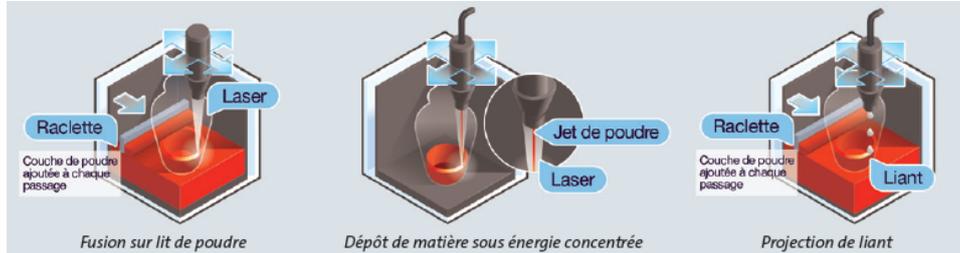


Figure 11 : Les trois procédés utilisant la poudre métallique (source INRS – ED 144)

Plus précisément, un plateau mobile vient déposer sur une plaque support un lit de poudre de quelques dizaines de micromètres d'épaisseur, puis un laser vient fusionner la poudre selon des paramètres géométriques définis à partir d'un fichier CAO.

A la fin de cette étape, le plateau support descend d'une épaisseur de couche et le plateau mobile vient à nouveau déposer et le processus se répète jusqu'à finition de la pièce. Lors de la production, la poudre non-utilisée est recyclée en continu. Les particules les plus fines sont balayées par un flux d'azote continu vers un système de filtres situé sur le côté de la machine. Le cycle de fabrication d'une pièce peut varier de quelques heures à quelques semaines.

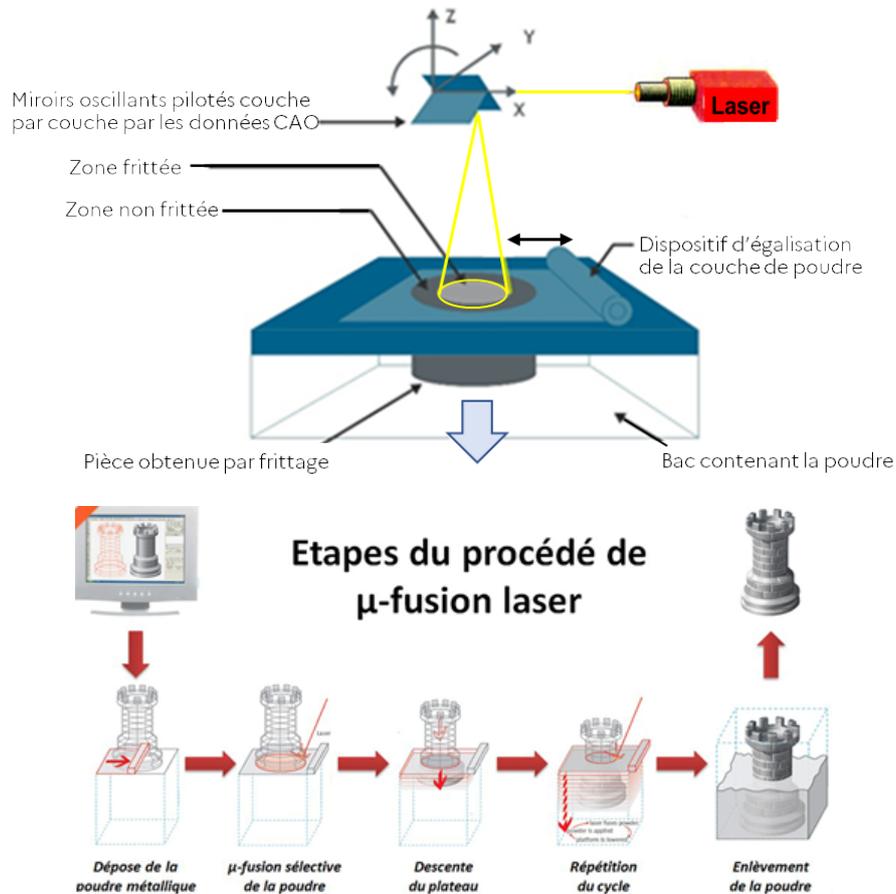


Figure 12 : Schéma de principe du frittage de poudre dans l'équipement EOS M 280 (Source EOS)

2.3. Description des procédés d'atomisation de poudres métalliques

2.3.1. Principe général de l'atomisation sous gaz de poudres métalliques

L'atomisation sous gaz de poudres métalliques consiste à désintégrer le métal en fusion lors du passage dans la buse d'atomisation puis de former de fines gouttelettes. Celles-ci se solidifient (solidification convective) et forment la poudre.

L'écoulement du gaz est laminaire ce qui permet de mieux contrôler la taille des gouttelettes et par conséquent la répartition granulométrique de la poudre élaborée qui peut être relativement serrée. Des tailles de particules très fines (jusqu'au nanomètre) peuvent être produites.

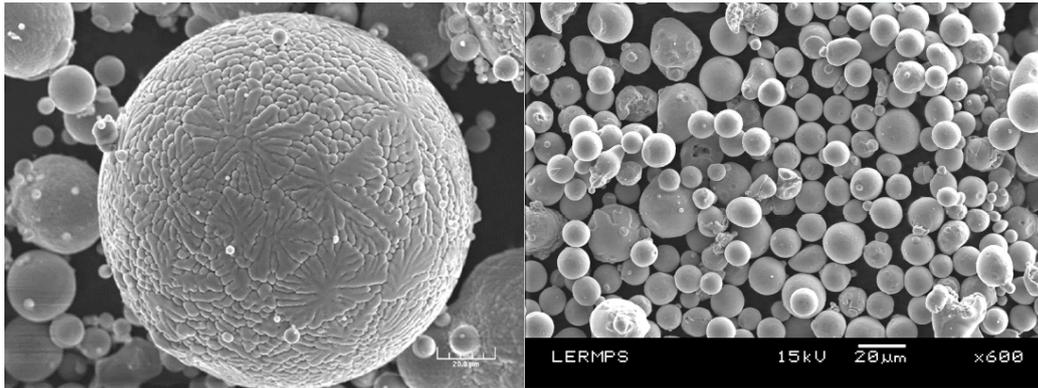


Figure 13 : Morphologie des poudres réalisées (source partenaire 2)

L'atomisation des poudres au gaz comprend deux méthodes de production :

- L'atomisation à l'air (partenaire 4), concerne l'atomisation de métaux comme le zinc, étain, le plomb et l'aluminium.
- L'atomisation sous gaz inerte (partenaire 2) concerne les autres métaux et alliages.

Et deux dispositifs de buses sont utilisés :

- L'atomiseur à chute libre « Free fall » permet au métal en fusion de s'écouler par gravité au travers d'une buse et un ou plusieurs jets de gaz situés en aval de la buse viennent atomiser le métal en fusion.
- L'atomiseur à coulage fermé « Confined ou Close coupled » permet au métal en fusion de s'écouler au travers d'une buse et un ou plusieurs jets de gaz situés dès la sortie de la buse de coulée viennent atomiser le métal en fusion.

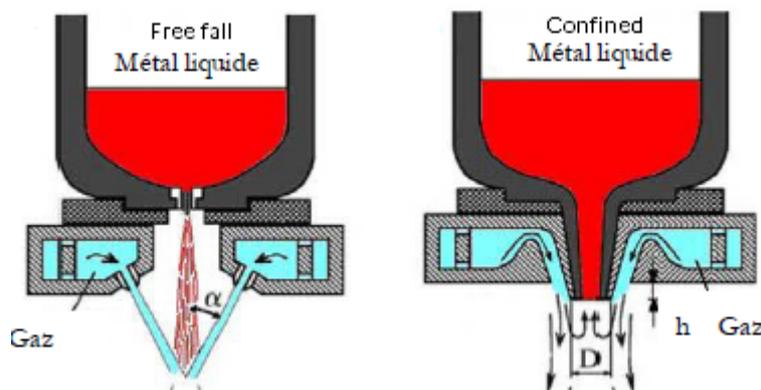


Figure 14 : Deux types d'atomiseurs (source Neikov 09)

2.3.1. Description du procédé d'atomisation de poudre sous gaz inerte

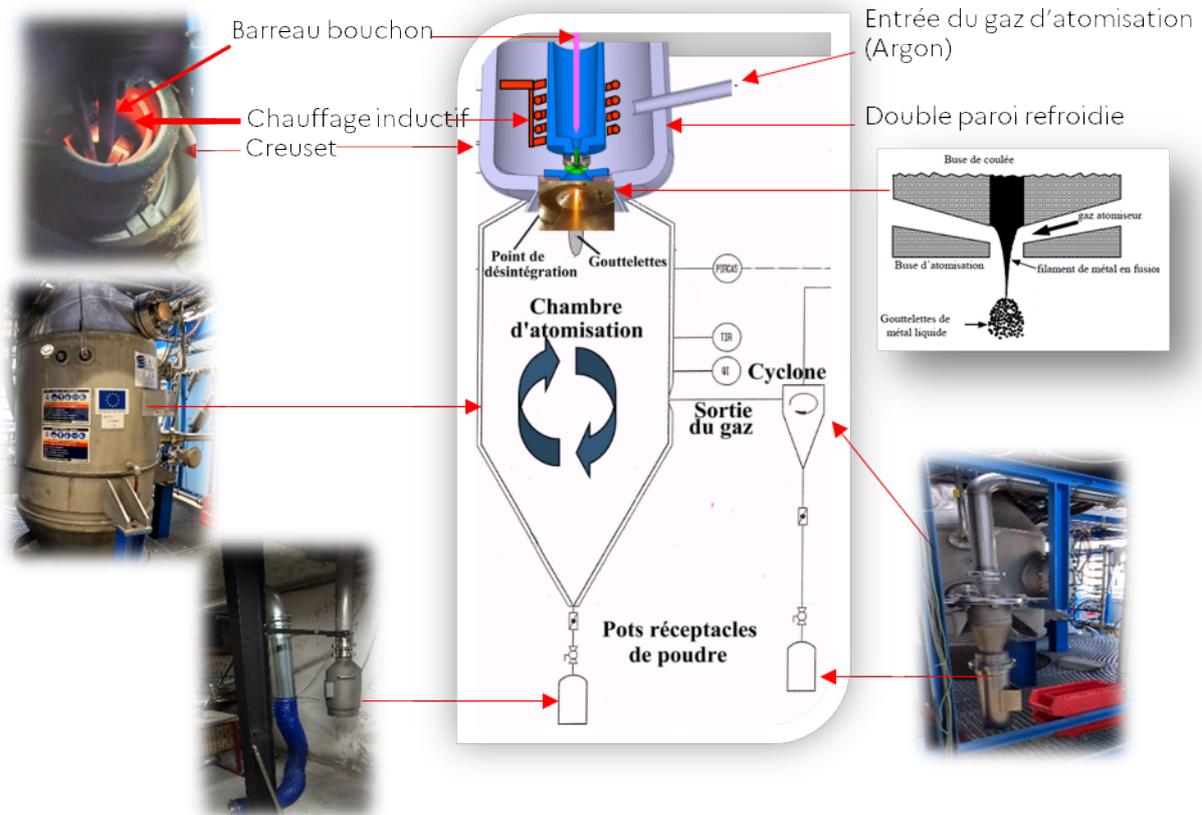


Figure 15 : Elaboration de poudre par atomisation gazeuse inerte (source partenaire 2)

Les principaux procédés métallurgiques étudiés dans le cadre de ce projet CaRPE

Projection thermique	Partenaires 2 et 4 : Procédé de projection thermique à plasma
Fabrication additive	Partenaire 6 : Procédé de fabrication additive par technique de frittage de poudre DMLS (frittage Direct de métaux par laser)
Atomisation de poudre	Partenaire 2 : Procédé d'atomisation de poudre sous gaz inerte Partenaire 7 : Procédé d'atomisation de poudre à l'air

3. Etat de l'art mis à jour

L'état de l'art présenté ici s'appuie sur l'article de Geoffrey Darut et al [18] publié dans le cadre du projet CaRPE.

3.1. Enquête préliminaire auprès des industriels de la projection thermique

Dans le projet CaRPE, une enquête sur les procédés de projection thermique a été réalisée en 2019 auprès des professionnels du secteur des procédés métallurgiques [18]. Cette enquête a permis de compléter une étude de l'INRS [12]. Les questions posées pour réaliser cette enquête avaient pour objectif de mieux comprendre l'activité des industriels (procédés, matériaux) concernant les dangers des émissions (protection individuelle des personnels) et les systèmes de captations employés (nettoyage, filtration...). Parmi les 100 compagnies sollicitées, seules 10 ont répondu (étude INRS : 46 % de retour par courrier). Cela rend difficile une exploitation quantitative. Il ressort de l'enquête que 80 % des compagnies interrogées sont équipées de procédés de projection par plasma à pression atmosphérique (APS ou Atmospheric Plasma Spraying) et de système fonctionnant avec un arc électrique (wire arc spraying). Il est à noter que ces résultats sont cohérents avec l'étude menée par l'INRS [12]. Concernant les émissions, les différentes compagnies interrogées sont réticentes à communiquer sur ce sujet. L'enquête montre tout de même que la majorité des cabines de projection thermique est inaccessible durant les opérations. Le système de captation des effluents est placé à l'intérieur de la cabine. Il faut noter que les deux tiers des compagnies n'ont pas de dispositif d'aspiration au-dessus du système d'alimentation en poudres placé en dehors de la cabine. En effet, le versement des poudres dans le poudrier génère un aérosol qui convient d'évacuer. L'enquête met également en évidence que les systèmes d'évacuation des effluents sont équipés de filtres à fibre sous forme de caisson de filtres. Il est intéressant de noter que 20 % des industriels ne savent pas vraiment quel type d'équipement de filtration est installé. Le plus souvent de surcroît, l'efficacité des systèmes de filtration est inconnue et différents types de filtres sont utilisés (EPA, HEPA). Cela montre une méconnaissance des industriels pour le choix d'un collecteur de poussières car il existe peu de données sur l'efficacité de filtration de ces derniers. Concernant les protections des opérateurs, ceux-ci portent le plus souvent des masques FFP3. Mais il existe encore des compagnies où les opérateurs n'ont pas de systèmes de protection individuel. Pourtant, l'équipement adéquat doit être porté à chaque tâche exposante lorsqu'il y a un risque de contact avec la poudre (nettoyage de la cabine, versement dans le poudrier...). Tous les masques de protection utilisés et recensés dans cette enquête, ne sont pas égaux et pas tous de classe FFP3. Les cabines sont le plus souvent nettoyées toutes les semaines mais les méthodes employées à cette fin ne sont pas optimales, et défavorables en termes d'émission de particules : par exemple, 33 % des opérateurs utilisent des balais et 22 % des pistolets à air comprimé. Ces méthodes de nettoyage favorisent le réenvol de poussières, et donc une éventuelle exposition de leurs opérateurs. Enfin, 66 % des industriels interrogés ne prévoient pas de mesures d'exposition professionnelle aux postes de travail, ni de contrôles en sortie du système d'évacuation (soit rejet à l'environnement après le caisson de filtres).

3.2. Bibliographie sur les émissions

De manière générale, des particules sont émises quel que soit le procédé métallurgique. Ces émissions sont étudiées depuis plusieurs années déjà.

Concernant la **projection thermique**, quelques publications s'intéressent aux émissions pour certains matériaux autour des procédés de production. En France, l'INRS a mené une enquête sur les activités liées à la projection thermique [6]. Celle-ci révèle que 12 % des industriels de la projection thermique n'emploient pas de protections respiratoires [12] comme cela a été confirmé par l'enquête réalisée dans le cadre du projet CaRPE. De plus, même s'il y a une ventilation dans les cabines de projection thermique, beaucoup d'employés pénètrent dans l'installation sans équipement de protection respiratoire individuel [7]. Dans une étude sur les émissions des procédés de projection par arc électrique émettant des vapeurs métalliques [19], les mesures ont montré la présence de nombreuses particules avec un diamètre aérodynamique inférieur à 100 nm. L'INRS a aussi alerté sur la grande quantité de particules de tailles inférieures à 100 nm générées par projection par arc électrique et a recommandé en conséquence d'utiliser des dispositifs de filtration pour traiter les effluents [20]. Ce même institut a également publié des données sur les émissions de nitrure de chrome (Ni-Cr) ainsi que des éléments d'information sur l'aluminium et le zinc dans différents procédés.

Une autre étude menée par un institut Français (CARSAT) a mesuré des niveaux de concentration dans l'air en chrome VI quinze fois supérieurs aux Valeurs Limites d'Exposition Professionnelle (VLEP) pour des dispositifs de projection opérant avec du chrome [21]. De façon similaire, les opérateurs utilisant la projection thermique à plasma avec du chrome sont exposés à des concentrations au-delà de la VLEP-8 h fixée à 1 µg/m³ [22]. Les concentrations en nickel dans les urines des opérateurs de procédés de projection, tous procédés confondus sont supérieures à celles trouvées dans les personnels non exposés. Viana et al. et Salmonidis et al. [23] [24] ont montré que des hautes concentrations de particules ultrafines sont mesurées dans l'air lors d'opérations avec des procédés APS (projection plasma atmosphérique) (3,7x10⁶ particules / cm³ dans une gamme de taille d'environ 28 à 45 nm). Ces émissions peuvent se transporter en dehors de la cabine de projection où les travailleurs ne sont pas forcément équipés d'équipements de protection individuelles respiratoires [25].

Avec le **procédé HVOF**, la même tendance est observée avec des concentrations pouvant atteindre jusqu'à 140 mg/m³ [26]. Une étude relative à trois procédés de projection fonctionnant avec les éléments cobalt, chrome et nickel a comparé les urines des opérateurs [27]. Le procédé à plasma s'est avéré le plus émissif. En Grèce, une compagnie pratiquant la projection thermique a réalisé des mesures de qualité de l'air [28]. Il est apparu que les concentrations en particules et métaux lourds étaient prédominantes lors des phases de maintenance et de nettoyage dans la cabine de projection. L'enquête de l'INRS indique que 23 % des opérateurs utilisent un balai ou un pistolet à air comprimé pour le nettoyage des zones de travail de la cabine [7]. La société de la projection thermique [29] a publié des documents sur les risques relatifs aux procédés et a émis des recommandations. Cependant, ces documents ne donnent seulement qu'un aperçu des problèmes rencontrés et ne fournissent pas de réponses claires sur comment assurer la sécurité sur site pour la protection des travailleurs.

La littérature scientifique montre bien qu'il y a production de nanoparticules non intentionnelles pendant la projection thermique. L'efficacité de dépôt sur les pièces à traiter est d'environ 50-60 % et par conséquent, le reste est perdu et transformé en particules ultrafines. Une partie de ces particules est aspirée par le système d'extraction. Mais une partie peut se déposer sur divers éléments dans la cabine. Ainsi, à la fin de la projection, l'opérateur est toujours exposé aux nanoparticules par ses actions dans la cabine (déplacement d'objets, marche sur le sol, déplacement d'air...). Le relargage de nanoparticules dû aux mouvements d'air peu jouer un rôle important dans l'exposition. L'enquête menée dans le cadre de CaRPE montre que le port d'équipement de protection n'est pas systématique et tous les industriels ne sont pas conscients des risques d'exposition aux particules ultrafines. Les opérateurs ne sont pas toujours au fait des risques de ne pas porter de protection. La situation est d'autant plus préoccupante que deux des matériaux les plus utilisés sont le chrome et le zinc. Plusieurs analyses ont montré que le chrome pouvait se retrouver dans les urines. De plus, le chrome VI peut se former selon divers processus lors des opérations de projection. Le zinc est principalement utilisé avec les procédés de projection par arc électrique à pression atmosphérique et ceci peut générer de l'oxyde de zinc à l'échelle nanométrique, nocif pour la santé [30]. Selon les enquêtes de l'INRS et de CaRPE, le nettoyage de la cabine est souvent réalisé avec un balai ou un pistolet à air comprimé ce qui induit une resuspension des particules ultrafines dans l'air. En principe, les nanoparticules sont rapidement aspirées par les systèmes d'extraction limitant ainsi l'exposition de l'opérateur. Mais comme cela a été montré par Bémer et al. [20] [31], le système de filtration le plus utilisé, soit un caisson de filtres à fibres, est rapidement obstrué par les nanoparticules. La difficulté de nettoyer les caissons de filtres peut expliquer la chute de pression dans le conduit d'évacuation de la cabine. En conséquence, les particules produites par projection thermique peuvent rester à des niveaux importants dans la cabine augmentant ainsi le risque d'exposition de l'opérateur après les opérations de projection.

Pour l'**atomisation**, l'objectif est de récupérer toutes les particules produites par le procédé. Dans celui-ci, la majorité des particules produites sont captées par le procédé dans la tour d'atomisation. Cependant, avec les poudres accumulées dans la tour, une possible émission de particules au cours de la maintenance n'est pas à écarter. Comme c'est un procédé en circuit fermé, les émissions sont canalisées au cours de la production. Aucune étude n'a pu être identifiée dans la littérature scientifique concernant la caractérisation des émissions sur ce type de procédés d'atomisation.

Pour la **fabrication additive**, le traitement des matériaux s'effectuant en circuit fermé avec un dispositif spécifique. Les émissions sont canalisées dans celui-ci. En revanche pour les plastiques et les polymères, certains équipements n'utilisent pas de systèmes de filtration. En conséquence, l'opérateur est exposé à une émission de particules ultrafines.

Avec les plastiques, ces émissions s'avèrent être assez élevées [32] [33] par rapport au fond urbain [34] [35]. Concernant les métaux, Keller et al. [36] et Bau et al. [37] ont souligné le grand nombre de particules générées pendant la fabrication additive près de la source dans le procédé : $2,5 \times 10^6$ à $4,5 \times 10^6$ particules / cm^3 . Les opérateurs qui manipulent ces poudres métalliques courent donc le risque d'être exposés aux particules [38] [39] si aucun équipement de protection n'est mis en place sur le site. Une autre étude confirme la présence de nanoparticules (taille d'environ 15 nm) autour des équipements de fabrication additive [40]. Un article de revue de Chen et al. [41] confirme ces résultats et montre que ces émissions sont non intentionnelles durant les manipulations de l'opérateur. Une méthodologie doit être développée pour éviter les risques d'exposition [42]. La conception d'un environnement de travail adéquat autour du procédé s'avère nécessaire [43].

3.3. Bibliographie sur le contrôle des émissions

La projection thermique met en jeu des poudres micrométriques et des sources à haute énergie (flamme, plasma, arc électrique). Comme déjà indiqué ci-dessus, le processus de projection génère des nanoparticules qui peuvent se retrouver dans la cabine et son environnement proche. Dans ces conditions, l'exposition des opérateurs est inévitable et des équipements de protection doivent être portés [44]. Dans la plupart des cas, la formation de nanoparticules est le résultat du procédé qui implique comme produit initial des particules micrométriques même si quelquefois des nanoparticules peuvent être utilisées comme produit de départ [45]. L'utilisation de projection plasma à basse pression permet de vaporiser la poudre initiale et de créer des nanostructure sur la pièce à travailler [46] [47]. Ainsi, la fine poussière générée par le procédé doit être captée par le conduit d'évacuation qui doit être configuré selon les propriétés des poudres. De cette façon, une ventilation efficace dans la cabine facilite la capture des nanoparticules par le système de filtration. La vitesse d'aspiration doit être adaptée. Si elle est trop basse, la poussière s'accumule sur les murs et le sol de la cabine. C'est la raison pour laquelle le système de filtration est nettoyé par un jet d'air comprimé pour éviter les chutes de pression et permettre une bonne ventilation. Cependant, avec certains procédés comme les arcs électriques, les caissons de filtres sont souvent bouchés. Bemer et al [48] ont souligné le caractère irréversible du colmatage des filtres dû à la nature des particules collectées. Même avec un jet d'air comprimé pulsé, le nettoyage semble inefficace. Les filtres à lit granulaires, basés sur le phénomène de capture par diffusion (mouvement brownien) pourrait être une alternative aux filtres habituels [49] [50]. Cependant, cette solution n'a pas été testée à l'échelle industrielle. Un travail récent de l'INRS [51] a montré la possibilité d'améliorer le nettoyage des systèmes de filtration avec un pré dépôt de particules micrométriques sur la surface des filtres dans le but de faciliter le retrait des nanoparticules du filtre. Une approche différente a été proposée par Cho et al. [52] proposant de projeter de l'air comprimé sur la partie externe du filtre plutôt que d'injecter un jet d'air dans la partie interne. Ce système de nettoyage permet de nettoyer le filtre avec succès tout en régénérant les fibres le tout en réduisant les émissions de particules. Des modélisations ont été effectuées pour étudier la concentration en nanoparticules lors d'un procédé de projection thermique [53]. Ces évaluations confirment les études précédentes. Lorsque le procédé de projection thermique est en marche dans une cabine, une pression négative s'installe dans la cabine pour confiner les particules à l'intérieur.

Un problème peut alors survenir. Le système de filtration ne collecte pas les particules correctement. La pression négative peut réintroduire l'air pollué dans la cabine selon la position du système d'évacuation par rapport à l'entrée d'air de compensation. Les nanoparticules peuvent être rejetées dans l'environnement si le système d'évacuation n'est pas réglé de manière appropriée.

3.4. Réglementation applicable à la maîtrise des émissions atmosphériques

3.4.1. Réglementation française

Dans la réglementation française, une installation qui réaliserait de la projection thermique de poudres métalliques serait classée sous la rubrique 2565-3 de la nomenclature des installations classées pour la protection de l'environnement : revêtement métallique ou traitement (nettoyage, décapage, conversion dont phosphatation, polissage, attaque chimique, vibro-abrasion, etc.) de surfaces quelconques par voie électrolytique ou chimique, à l'exclusion des activités classées au titre des rubriques 2563, 2564, 3260 ou 3670 – Traitement en phase gazeuse ou autres traitements. Il s'agit d'une rubrique soumise à déclaration avec des contrôles périodiques. Les exclusions listées dans cette rubrique concernent les activités de nettoyage dégraissage utilisant des bases aqueuses (2563) ou organiques (2564) ainsi que les activités relevant de la directive 2010/75/UE relative aux émissions industrielles (rubriques 3xxx telles que la rubrique 3110 (installations de combustion), 3440 (fabrication de produits phytosanitaires ou biocides), ou 3540 (installations de stockage de déchets).

De plus, l'utilisation de poudres métalliques contenant du cadmium relève d'une autre rubrique (2565-1a) du fait des propriétés de ce métal.

En ce qui concerne la maîtrise des émissions atmosphériques, les prescriptions de l'arrêté ministériel de prescription générale concernant la rubrique 2565-3¹ sont relativement simples : captation et **traitement** des flux d'air notamment pour les ateliers mettant en œuvre du chrome. De plus, l'exploitant doit s'assurer du bon fonctionnement du dispositif de captation et de traitement.

3.4.2. Réglementation issue de la transposition de la directive relative aux émissions industrielles

La directive 2010/75/UE relative aux émissions industrielles du 24 novembre 2010, dite directive IED, a pour objectif principal la prévention et la réduction intégrées de la pollution due aux activités industrielles. Cette directive vise les secteurs industriels qui sont les principaux émetteurs de pollution, de plus, pour certains secteurs des seuils de capacité sous lesquels la directive n'est pas applicable sont définis. Les secteurs et les seuils correspondants sont précisés dans l'annexe 1 de la directive.

Pour atteindre cet objectif, la directive impose que l'exploitation des installations soit autorisée par l'autorité compétente au travers d'un permis qui s'appuie sur la mise en œuvre des meilleures techniques disponibles (MTD) et les niveaux d'émissions atteignables par la mise en œuvre des MTD. Pour définir ce que sont les MTD, la Commission Européenne organise un échange d'informations entre les acteurs de chacune des activités industrielles (autorités, industriels et ONG) qui permet de rédiger un document de référence sur les MTD (BREF) accompagné de conclusions (BAT-C) qui sont publiées au Journal Officiel de l'Union Européenne. L'échange d'information organisé par la Commission Européenne, appelé processus de Séville, comporte la collecte de données et d'informations auprès d'installations industrielles dans tous les Etats Membre de l'Union Européenne. Sur la base de retour d'expérience d'installations industrielles, il est ainsi possible de définir ce qu'est une MTD et quels sont les niveaux d'émissions atteignable par la mise en œuvre de ces techniques (BAT-AEL) dans un contexte industriel.

Pour une installation mettant en œuvre des activités couvertes par le champ d'application de conclusions sur les MTD pour un secteur industriel, les valeurs limites d'émissions applicable à l'installation devront être comprises dans l'intervalle des niveaux d'émissions atteignables par la mise en œuvre des MTD, dans certains cas spécifiques, une dérogation peut être accordée.

En première approximation, la projection thermique de métaux pourrait être incluse dans la rubrique 2.3.c de l'annexe I de la directive IED, c'est-à-dire : Transformation des métaux ferreux – Application de couches de protection de métal en fusion avec une capacité de traitement supérieure à 2 tonnes d'acier brut par heure. Dans l'intitulé de la rubrique, il apparaît déjà deux limitations :

- Seule la projection sur un support en acier est couverte ;
- La capacité de traitement de l'installation doit être supérieure à 2 t/h d'acier brut.

De plus, dans la description du domaine d'application du BREF associé à la rubrique 2.3.c le revêtement métallique par projection thermique est exclu. Comme aucun autre BREF ne prend en compte ce type d'activité, il n'y a pas de BREF ou de conclusions sur les MTD opposable à la projection thermique de métal. Cependant, dans différents BREF publiés par la Commission Européenne, il est décrit des techniques de maîtrise des émissions de poussières avec différentes informations quant à leur mise en œuvre telles que leurs limites d'applicabilité, les gains environnementaux, leurs coûts de mise en œuvre, des exemples industriels. Même si les BREF ne sont pas directement destinés aux activités couvertes par le projet CaRPE, il est possible d'utiliser les données recueillies pour la rédaction des BREF pour identifier des techniques de traitement des effluents atmosphériques dont la mise en œuvre serait pertinente pour ces activités.

Pour cet exercice, le principal BREF à prendre en compte est celui relatif au traitement des métaux ferreux (FMP) dont les conclusions viennent d'être publiées au Journal Officiel de l'Union Européenne².

Cependant, les techniques pour la maîtrise des émissions atmosphériques et plus particulièrement pour la limitation des émissions de poussières sont décrites en détail dans le BREF pour les systèmes communs de traitement/gestion des effluents aqueux et gazeux dans le secteur chimique [54] (CWW)³.

¹ Arrêté ministériel du 30/06/1997 relatif aux prescriptions générales applicables aux installations classées pour la protection de l'environnement soumises à déclaration sous la rubrique n° 2565 : Métaux et matières plastiques (traitement des) pour le dégraissage, le décapage, la conversion, le polissage, la métallisation, etc., par voie électrolytique, chimique, ou par emploi de liquides halogénés.

² Décision d'exécution (UE) 2022/2110 de la commission du 11 octobre 2022 établissant les conclusions sur les meilleures techniques disponibles (MTD), au titre de la directive 2010/75/UE du Parlement européen et du Conseil relative aux émissions industrielles, dans les industries de transformation des métaux ferreux.

3.4.3. Principales techniques de dépolluissage décrites dans les BREF

Les principaux paramètres à prendre en compte pour le choix d'un dispositif de dépolluissage sont la granulométrie des particules à éliminer, la concentration de particules dans le gaz à traiter et le flux de gaz à traiter. Sur la base de ces paramètres, dans le BREF FMP le nombre de techniques décrites pour la réduction des émissions de poussières sont les suivantes :

- Electrofiltre, le fonctionnement de cette technique repose sur l'utilisation de forces électriques pour entraîner les particules préalablement chargées vers des plaques collectrices. Les phases de charge et de collecte peuvent être simultanée ou successives et différentes géométries peuvent être utilisées, plane ou tubulaire. Les poussières sont ensuite collectées soit en choquant ou en faisant vibrer les plaques collectrices (électrofiltre sec), soit en pulvérisant de l'eau sur ces plaques (électrofiltre humide). L'efficacité de cette technique est élevée, même pour les particules fines.

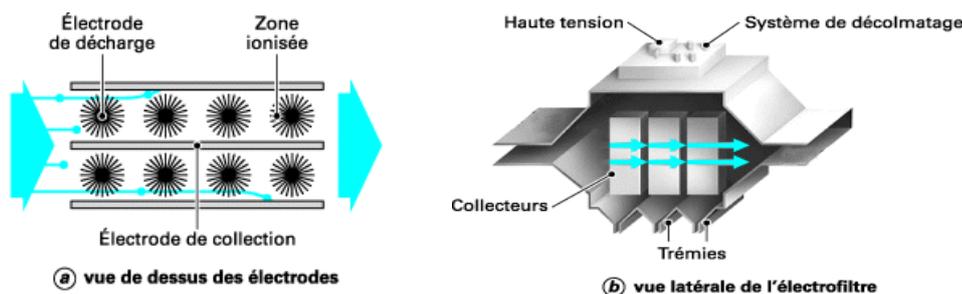


Figure 16 : Schéma de principe d'un électrofiltre [55] ©Techniques de l'Ingénieur

Il faut noter que les propriétés des poussières doivent être prises en compte pour la mise en œuvre d'un électrofiltre car l'efficacité dépend de la résistivité des particules et par ailleurs, il peut y avoir un risque de départ de feu avec des poussières combustibles.

- **Filtere en tissus**, le principe de fonctionnement est de faire passer le gaz à traiter au travers d'un tissu filtrant qui va retenir les poussières. La configuration la plus courante dans l'industrie est le filtre à manches dans lequel le média filtrant forme des chaussettes. Lorsque la perte de charge devient trop importante, indiquant un colmatage important, une brutale suppression est appliquée à contre-courant pour décoller les filtres. Le fonctionnement alterné nécessite de doubler le dispositif de filtration ce qui entraîne un encombrement important du système de filtration. L'intérêt majeur est de voir fonctionner en continu avec une efficacité élevée même pour des particules de petites dimensions. Un autre inconvénient est que la température des gaz traités doit être basse pour éviter la dégradation des média filtrants. Il s'agit de la technique la plus répandue pour le dépolluissage d'effluent gazeux.

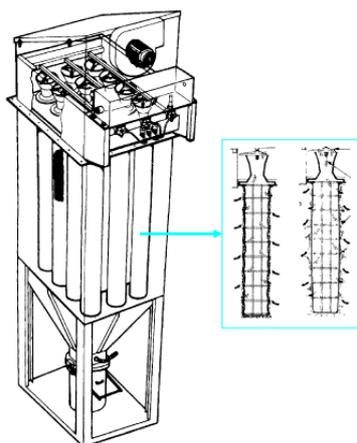


Figure 17 : Schéma de principe d'un filtre à cartouches [55] ©Techniques de l'Ingénieur

- **Laveur** : différentes configurations de laveur existent selon que l'objectif principal est le dépolluissage seul ou la neutralisation de gaz acides ou le refroidissement accompagné du

³ Thomas Brinkmann, Germán Giner Santonja, Hande Yükseler, Serge Roudier, Luis Delgado Sancho; Document de référence sur les meilleures techniques disponibles (MTD - Best Available Techniques (BAT)) pour les systèmes communs de traitement et de gestion des eaux usées et des gaz résiduels dans le secteur chimique ; EUR 28112 FR ; doi:10.2791/37535

dépoussiérage. Dans le premier cas le dispositif mis en œuvre sera du type venturi humide et dans le second des tours de lavage remplies ou non peuvent être utilisées.

Dans le premier cas, de l'eau est injectée dans la veine de gaz à traiter au niveau d'un rétrécissement de la canalisation ce qui permet une bonne dispersion, les poussières sont ensuite collectées sous forme de boue.

Dans le second cas, les gaz à traiter traversent une tour verticale où une solution aqueuse est injectée à contre-courant. La tour peut être remplie d'éléments poreux afin d'augmenter la surface d'échange avec, dans le cas d'effluents chargés de poussières, un risque plus important de colmatage. Généralement, l'utilisation de tours de lavage est généralement destinée à la neutralisation de gaz acide, le dépoussiérage étant un effet secondaire de la mise en œuvre de la technique.

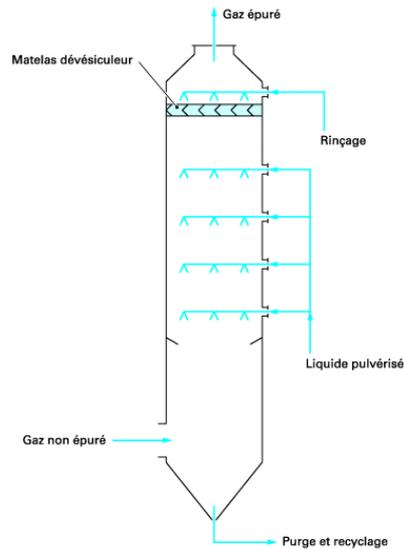


Figure 18 : Schéma de principe d'une tour [56] ©Techniques de l'Ingénieur

Dans les deux cas, il y a un effluent liquide qui doit être traité avant rejet dans le milieu naturel.

Cette liste de techniques peut être complétée par la lecture du BREF CWW :

- **Cyclone** : ces dispositifs utilisent l'inertie des particules pour les séparer du flux d'air auquel il est imposé un mouvement circulaire. Il existe différentes géométries avec efficacités variables. Le coût de mise en œuvre est faible mais l'efficacité n'est pas élevée et chute lorsque le diamètre des particules diminue. Cette technique est généralement mise en œuvre en association avec d'autres techniques

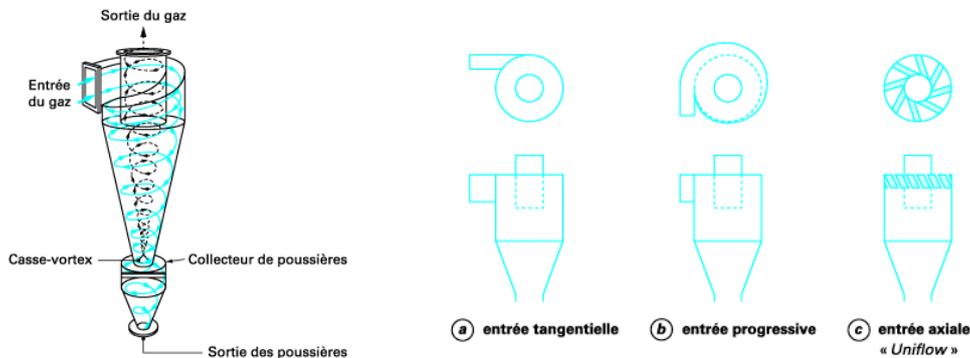


Figure 19 : Schéma de principe d'un cyclone [56] ©Techniques de l'Ingénieur

- **Filtres céramiques ou métalliques** : le principe de ces filtres est proche de celui d'un filtre à manches où les filtres en tissus seraient remplacés par des bougies en céramique ou en treillis métallique.

Leur principal avantage est de pouvoir atteindre des températures et des pressions de fonctionnement plus élevées que pour les filtres à manches en tissu. Le décolmatage est réalisé de la même façon qu'avec un filtre en tissu, cependant dans le cas de poussières collantes, le décolmatage peut être difficile mais il est possible d'avoir recours à une injection d'eau pour éliminer les poussières agglomérées sur les filtres (bougies percolantes). Les coûts de mise en œuvre et de fonctionnement sont élevés et ne sont justifiés que pour les gaz à haute température.

- **Filtres à haute efficacité et filtres absolus** : ces filtres mettent en œuvre des médias filtrant dont l'efficacité de rétention des particules est très élevée. Ils sont généralement mis en œuvre comme dernière étape de filtration ou pour les gaz dont la charge en poussière est très faible. Une fois que le filtre est colmaté, il est nécessaire de le changer ce qui entraîne un arrêt de l'installation et des coûts de maintenance élevés. Cette technique est facile à mettre en œuvre et elle est particulièrement adaptée à de petites installations où les charges de poussières sont faibles et où une grande efficacité est nécessaire.

La relation entre la granulométrie des poussières à éliminer, qui est un paramètre intrinsèque de l'effluent à traiter, et l'efficacité d'élimination qui est souvent une contrainte fixée par la réglementation applicable à l'activité reste un des principaux critères de choix de la technique de traitement à mettre en œuvre.

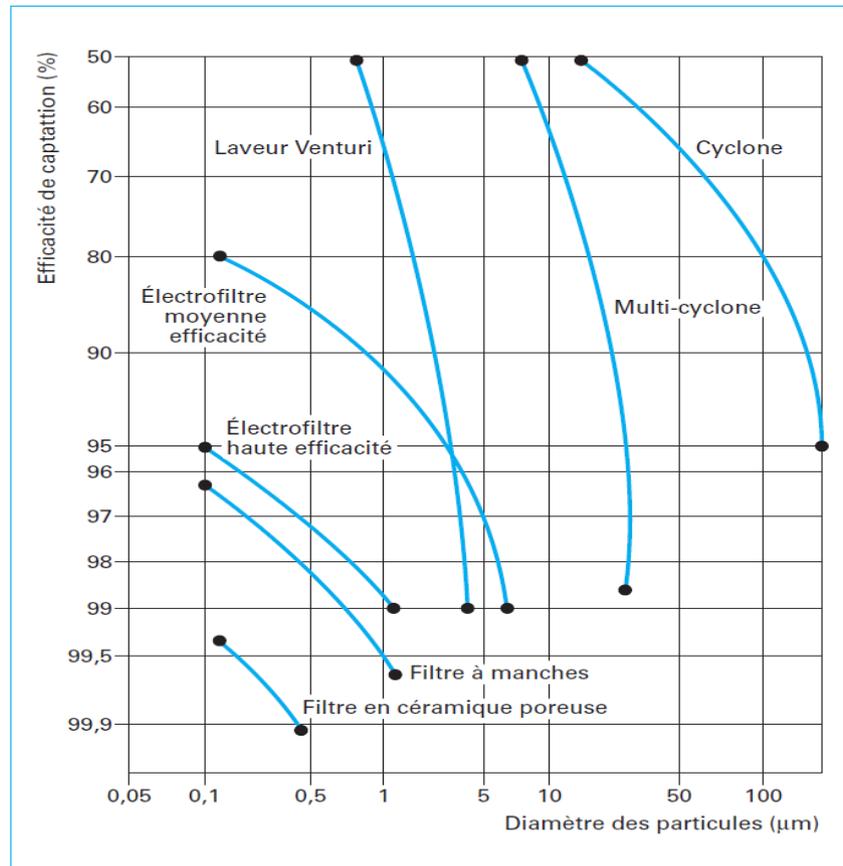


Figure 20 : Diagramme de synthèse [57] ©Techniques de l'Ingénieur

4. Présentation des instruments de mesure

Les différents instruments de mesures déployés sur le terrain ou en laboratoire sont présentés dans ce chapitre.

4.1. Les équipements de mesures déployés sur le terrain

Les principales caractéristiques de ces équipements de mesures sont reportées dans le Tableau 1.

L'**APS** (Aerodynamic Particle Sizer) permet de réaliser une mesure en continue des concentrations en nombre et des distributions en taille des aérosols échantillonnés. Il permet essentiellement le suivi des particules micrométriques.

Le **DMS 500 (Real-time Aerosol Size Distributions)** permet de même de réaliser une mesure en continue des concentrations en nombre et des distributions en taille des aérosols échantillonnés, mais sur une gamme de tailles différente, submicrométrique.

Le **CNC 3007** (Compteur de Noyau de Condensation) permet de mesurer en continu la concentration en nombre (particules / cm^3). Il ne mesure pas de distribution en taille. Le **CPC 3007**, léger et portatif, permet le comptage des particules de diamètre 0,01 à 1 micromètre et jusqu'à 10^5 particules/ cm^3 . Cependant il est à noter qu'au-delà de 40 000 particules/ cm^3 , la fiabilité du résultat est dégradée (le comptage est minimisé). A noter également que l'appareil réalise des mesures fiables sur une gamme de températures comprise entre 10 et 35°C et qu'il nécessite l'utilisation d'isopropanol qui permet de rendre les particules détectables par la cellule optique du CPC (une partie de l'aérosol prélevé (100 cm^3/min) pénètre dans le saturateur de l'appareil pour se charger en vapeur d'isopropanol, puis est refroidie dans le condenseur où le diamètre des particules augmente).

Le **P-TRAK** (Compteur de Noyau de Condensation) permet de mesurer en continu la concentration en nombre (particules / cm^3). Il ne mesure pas de distribution en taille. Le **P-TRAK**, léger et portatif, permet le comptage des particules de diamètre 0,02 à 1 micromètre et jusqu'à 5.10^5 particules/ cm^3 .

Le **Disc Mini** permet de mesurer les concentrations en nombre en continu en particulier dans le domaine submicrométrique. Il ne mesure pas de distribution en taille.

Le **Grimm COP** (Compteur Optique de Particules) est un compteur de particule permettant de mesurer la concentration en nombre (particules / litre).

Le **MPS** (Mini Particle Sampler) est un préleveur permettant de collecter les particules sur des grilles de microscopie électronique à transmission (MET). Cela permet une analyse en différée de la morphologie, de la taille, de la composition chimique élémentaire des particules prélevées.

Le **SMPS** (Scanning Mobility Particle Sizer) permet de même de réaliser une mesure en continue des concentrations en nombre et des distributions en taille des aérosols échantillonnés sur une gamme de tailles submicrométrique.

Des cassettes sont utilisées pour les prélèvements des aérosols sur des filtres. Les filtres peuvent ainsi être pesés pour déterminer la masse totale de particules. Ils peuvent également être analysés par ICP-MS (Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry) pour déterminer les compositions chimiques des particules et déterminer les concentrations en masse des différents éléments présents sur le filtre.

Type d'instrument	Principe de Mesure	Gamme de taille	Unités	Plage accessible	Débit (l/min)
-------------------	--------------------	-----------------	--------	------------------	---------------

APS™ Spectromètre de mesure du diamètre aérodynamique des particules TSI®		Temps de Vol - Distribution en taille aérodynamique et concentration en nombre de particules	0,5 µm à 20 µm	Particule/cm ³	Jusqu'à 10 ³ particules/cm ³	5
DMS 500 Spectromètre de mesure à mobilité électrique rapide de particules Cambustion		Mesures de mobilité électrique - Distribution en taille et concentration en nombre de particules	5 nm à 2,5 µm	Particule/cm ³	Jusqu'à 1x10 ¹¹ particules/cm ³	1,5
CNC 3007® Compteur de noyau de condensation TSI®		Détection optique de particule grossie suite à condensation de vapeur adsorbée à leur surface Concentration en nombre	10 nm à 1 µm	Particule/cm ³	Jusqu'à 10 ⁵ particules/cm ³	0,7
P-TRAK® Compteur de noyau de condensation TSI®		Détection optique de particule grossie suite à condensation de vapeur adsorbée à leur surface Concentration en nombre	20 nm à 1 µm	Particule/cm ³	Jusqu'à 5x10 ⁵ particules/cm ³	0,7
DISCmini Compteur portable du nombre de nanoparticules Testo		Détection électrique des particules utilisées comme vecteur de charge Concentration en nombre	10 nm à 700 nm	Particule/cm ³	10 ³ à 10 ⁶ particules/cm ³	1
Grimm COP 1.108 Spectromètre portable pour aérosols Technik mbH&Co.KG		Diffusion de la lumière Concentration en nombre	0,3 µm à 20 µm	Particule/litre	0 à 3x10 ⁶ Particules/litre	1,2
MPS Préleveur de nanoparticules Ecomasure - Ineris		Collecte de particules sur grille MET Détermination de la Morphologie, taille, composition chimique élémentaire	1 nm à 30 µm	-	-	0,3 à 1,5
SMPS Scanning Mobility Particle Sizer TSI®		Mesures de mobilité électrique Distribution en taille et concentration en nombre	1 nm à 1 µm	Particule/cm ³	Jusqu'à 10 ⁷ particules/cm ³	
Cassette pour prélèvement sur filtre		Prélèvement des particules pour mesure de la quantité totale de poussières (TSP)				
Filtres quartz pour cassettes de prélèvement		Mesure des concentrations en masse de différents éléments par ICP-MS (voir Tableau 2)		µg, mg et µg/m ³ et mg/m ³	5 nm à 100 µm	-

Tableau 1 : Liste et caractéristiques principales des instruments de terrain utilisés dans le cadre de l'étude

4.2. Les instruments de laboratoire

Les principales caractéristiques des instruments permettant une analyse en différée en laboratoire sont répertoriées dans le Tableau 2.

Des prélèvements sur filtres ont été réalisés dans le cadre des campagnes CARPE en utilisant des cassettes en polypropylène et des filtres en quartz. A partir de ces filtres, il est possible de mesurer les teneurs en métaux sur le filtre grâce à la technique analytique ICP-MS (Inductively Coupled Plasma / Mass Spectrometry). Celle-ci permet de quantifier la concentration en masse des différents éléments présents sur le filtre.

Les filtres peuvent être pesés avec une balance pour déterminer la masse totale de poussière mesurée lors d'un événement.

Les grilles prélevées avec le MPS sont analysées grâce à un microscope électronique à transmission pour déterminer la morphologie, la taille et la composition chimique élémentaire des particules. Cette dernière est obtenue par analyse EDX (Energy Dispersive X-ray). Le microscope a une résolution de quelques nanomètres.

Type d'instrument	Principe de Mesure	Gamme de taille	Unités	Plage accessible
ICP / MS Inductively Coupled Plasma / Mass Spectrometry Agilent 7900 	Composition chimique élémentaire	5 nm à 100 µm	µg et µg/m ³	-
Balance XPR2 Mettler Toledo® 	Gravimétrie : Masse totale de poussières (TSP) présente sur un filtre	5 nm à 100 µm	µg / mg	-
JEOL 1400 plus Microscopie Electronique à Transmission (MET) JEOL 	Morphologie en imagerie, taille, composition chimique élémentaire avec EDX (Energy Dispersive X-ray)	5 nm à 1 µm	Taille en nm / µm Composition chimique élémentaire relative en %	Résolution de quelques nanomètres
Agitateur Vortex 	Indice de pulvéulence en nombre et en masse	< 10 µm pour une efficacité de 50 %	1 / mg mg/kg	-

Tableau 2 : Liste et caractéristiques principales des instruments de laboratoire utilisés dans le cadre de l'étude

Pour estimer la pulvérulence des poudres ou pouvoir de resuspension la technique de l'agitateur vortex est utilisée. Un schéma présentant le principe d'utilisation de l'agitateur Vortex est présenté sur la Figure 21.

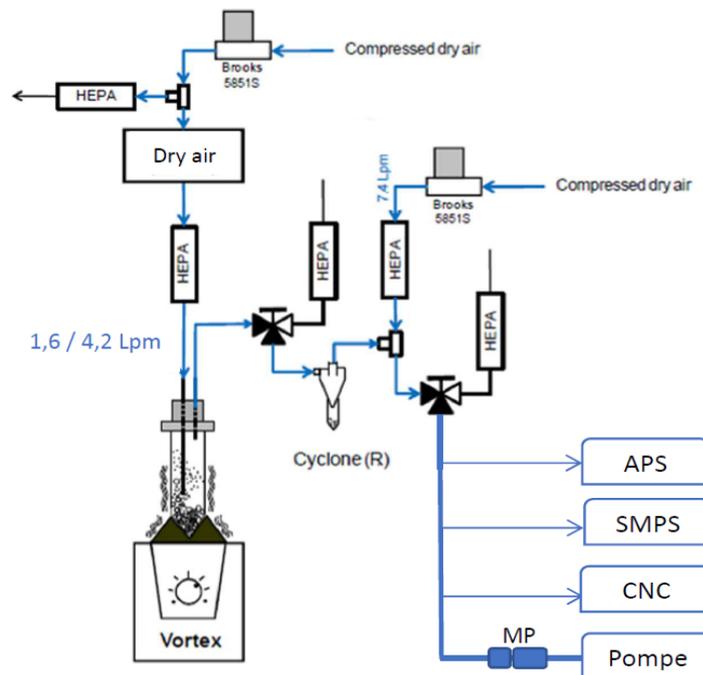


Figure 21 : Schéma de mise en œuvre d'un agitateur Vortex (source Ineris)

Le principe est le suivant. De l'air propre et sec est introduit dans le circuit. Cet air est régulé par des débitmètres massiques avant de repasser par un filtre. Il rentre dans un tube pourvu d'un bouchon dans lequel deux canaux sont percés pour son entrée et sa sortie. La poudre à analyser est déposée dans le tube. Celui-ci est agité par le Vortex. Un aérosol est mis en suspension et évacué vers un cyclone via un conduit adéquat. Le cyclone (référence GK 2.69) permet d'analyser la fraction thoracique avec un débit de 1.6 L / min. Dans ce type de montage, il y a habituellement, un granulomètre, un compteur de particules (CPC 3007), une analyse MPS avec sa pompe et une cassette avec un filtre. Dans le reste du document, seul sera considéré l'indice de pulvérulence en nombre. Celui-ci est calculé grâce aux mesures CPC à partir de la formule suivante :

$$I_{VS} = \frac{1}{m_{t_1}} \times \sum_{t_1}^{t_1+180} C_{CPC}(t) \times Q_{VS} \times \Delta t_{CPC} \times \frac{10^3}{60}$$

avec

I_{VS}	l'indice de pulvérulence en nombre (1/mg)
m_{t_1}	masse de poudre dans le tube vortex (mg)
$C_{CPC}(t)$	concentration en nombre donnée par le CPC en particules par cm^3 ($1/cm^3$)
Δt_{CPC}	pas de temps du CPC en secondes (s)
Q_{VS}	débit dans le tube en litres par minute (l/min)

Il est à noter que dans ces premiers essais de pulvérulence, l'air n'a pas été humidifié et la granulométrie n'a pas été considérée.

5. Visites de sites et définition des stratégies de mesures

Ce chapitre présente les visites réalisées sur sites au préalable des campagnes de mesure plus complètes. Au cours de ces visites, des mesures simplifiées ont été effectuées dans le but de sélectionner des sites et des stratégies de mesure pour les campagnes complètes.

5.1. Méthodologie adoptée

Chaque visite de site s'est organisée en 3 temps :

- **Une étape préparatoire** : le partenaire 1 a échangé en amont avec le partenaire impliqué afin de se faire préciser les aspects relatifs aux produits / procédés, collecter les données pertinentes et s'assurer que les moyens d'intervention déployés par le partenaire 1 étaient compatibles avec la mise en œuvre du procédé ;
- **La visite proprement dite** : le partenaire 1 a réalisé une visite globale du site en présence des partenaires afin d'acquérir une vision claire des procédés déployés et identifier les procédés présentant potentiellement des risques d'émissions critiques ;
- **Mesures simplifiées** : le partenaire 1 a réalisé des mesures semi-qualitatives ponctuelles impliquant un instrument à lecture directe associé à un échantillonneur d'aérosols (e.g. mesures compteur à particules CNC ou P-TRAK dans la gamme de taille de 10 nm à 1 µm et préleveur MPS) en différents points de prélèvement et pendant les phases critiques du procédé.

5.1.1. Préparation des visites

Lors de la préparation des visites, le partenaire 1 s'est typiquement concentré sur les aspects relatifs aux sources canalisées et aux émissions diffuses en considérant plus précisément :

- Les moyens de maîtrise des émissions diffuses (recensement a priori des dispositifs de maîtrise existant), bilan des mesures effectuées par le passé (méthodes, protocoles) ;
- La possibilité de déployer des moyens de mesure sur place selon les contraintes de sécurité existantes (plan de prévention, permis de feu, zonage ATEX, zone à accès restreint, ...) ;
- Au fonctionnement des procédés (liste des procédés, descriptif de principe, systèmes de traitement d'air en place, procédures d'exploitation et de maintenance) ;
- Aux substances et produits utilisés dans les procédés (fiche matière, fiche de données de sécurité, gestion des stocks et déchets) ;
- Aux aspects HSE généraux (document unique d'évaluation des risques professionnels, recensement des incidents/accidents, statistiques arrêt de travail et causes associées, ...).

5.1.2. Déroulement de la visite

Lors de la visite générale des installations du partenaire, les flux de matières au sein de l'entreprise (e.g. poudre, gaz) sont identifiés afin de pouvoir repérer les émissions canalisées ainsi que les émissions diffuses. Dans cette approche, des « schémas blocs » sont présentés dans les différents chapitres. Ces schémas ont été construits à partir des observations, des discussions et des mesures qualitatives réalisées lors des visites. Enfin, ils permettent de donner un aperçu global des différents types d'émissions potentiellement présents.

Selon la disponibilité des procédés, le retour d'expérience du partenaire ainsi que l'analyse préliminaire menée par le partenaire 1, un plan de mesures semi-qualitatives a été préparé et discuté avec le partenaire afin que celui-ci mette en place un planning de production en adéquation avec les besoins de mesurage.

5.1.3. Mesures simplifiées

5.1.3.1. Les mesures particulières

Les mesures semi-qualitatives ont été réalisées au moyen d'un compteur de particules CNC 3007 ou P-TRAK et d'un préleveur MPS (voir § 4.1)

Il est important de souligner que les mesures effectuées au moyen de compteur de particules fournies dans ce rapport sont uniquement qualitatives pour deux raisons :

- Les ambiances de travail observées ont des concentrations en particules bien souvent supérieures à 4×10^4 particules/cm³ ;
- Certaines ambiances de travail rencontrées ont des températures supérieures à 40°C (plage de fonctionnement CNC 3007 de 10 à 35°C).

A noter que les produits métalliques sont également susceptibles de réagir avec l'isopropanol. Toutefois, en l'absence de catalyseur, ce type de réaction est cinétiquement lent. On peut donc raisonnablement considérer dans le cadre de l'étude que cela n'affecte pas la qualité de la mesure, ce d'autant plus que le temps de mesure est très court.

Le temps de prélèvement sur grille MET de l'ordre de quelques minutes est estimé grâce à des abaques et est fonction de la concentration particulaire mesurée au moyen d'un compteur de particules. Si le prélèvement est beaucoup plus court que ce temps de prélèvement, alors la quantité d'échantillon est insuffisante et a contrario si le prélèvement dure trop longtemps, la morphologie et la taille des particules récoltées seront difficiles voire impossibles à déterminer en raison d'une charge trop importante sur la grille.

5.1.3.2. Les mesures gazeuses

L'analyse des gaz a été réalisée par le partenaire 8 avec l'analyseur de gaz Blue X-FLR9, utilisant la spectrométrie laser d'absorption différentielle. La méthode utilisée sur l'analyseur pour permettre l'identification de molécules est un spectre large couvrant les longueurs d'ondes 2400-3100 cm⁻¹. Ainsi, toute la plage de longueurs d'ondes de l'analyseur peut être scannée et les éventuelles signatures IR de tous les composés détectés. L'équipement développé par le partenaire 8 paraît intéressant pour la mesure des composés organiques volatils, i.e. les composés émis préférentiellement par le procédé HVOF. Ce procédé utilise en effet la combustion de carburants (e.g. hexol D60, kérozène). D'autres mesures ont également été effectuées par ce partenaire afin d'éprouver la fiabilité de leur équipement.

5.2. Bilan des visites

5.2.1. Visite du site du partenaire 4

Pour cette visite de site, deux types de procédés ont été évalués lors d'opérations de production.

1. Projection thermique à plasma atmosphérique (APS)
2. Projection thermique de flamme à haute vitesse (HVOF)



Figure 22 : Torche plasma (APS) et flamme à haute vitesse (HVOF)

Pour le procédé de projection thermique à plasma, les émissions canalisées, diffuses et l'exposition professionnelle non réglementaire ont pu être étudiées avec l'utilisation de deux poudres métalliques de granulométrie micrométrique ($22\ \mu\text{m} - 45\ \mu\text{m}$) composées principalement d'aluminium, de nickel, de silicium et de nitrure de bore.

Pour les émissions canalisées, les mesures simplifiées réalisées en sortie de l'installation de filtration équipée de filtres en polyester antistatiques ont mis en évidence la présence de nombreuses particules métalliques lors de phase de projection thermique.

*Le suivi temporel du nombre de particules indique que la concentration en nombre est très élevée en aval du caisson de filtres (supérieure à 1×10^5 particules / cm^3) et les clichés de microscopie électronique à transmission (MET) confirme la présence de particules micrométriques et surtout **nanométriques** (*

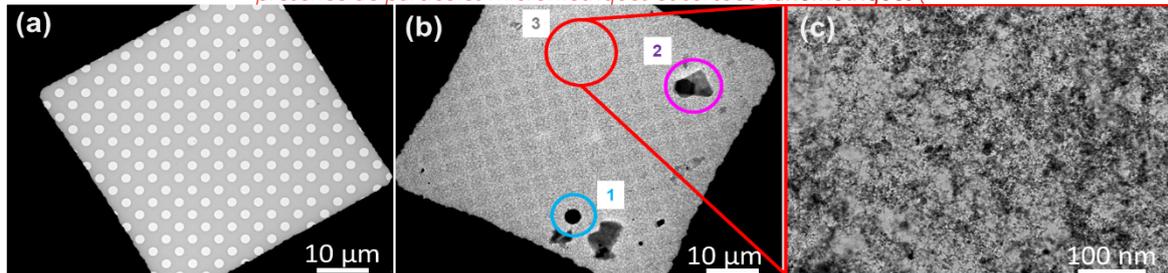


Figure 23) issues du procédé (Figure 24).

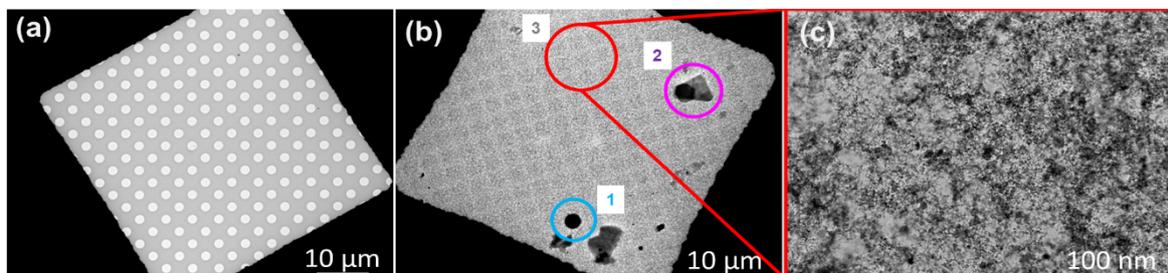


Figure 23 : (a) grille vierge - (b) prélèvement de microscopie des particules contenues dans les fumées en aval de l'installation de filtration. Clichés de particules micrométriques en forme de billes (1), sous forme de plaquettes (2) et un fond nanométrique très important (3) - (c) Grille colmatée de particules nanométriques

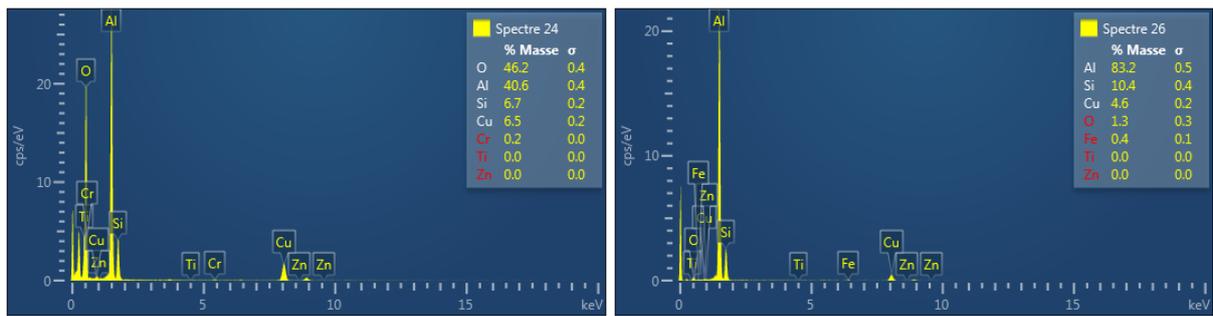


Figure 24 : Spectres EDX (Microanalyse par énergie dispersive de rayons X) confirmant l'origine des particules (Al_2O_3 , Silice)

Une augmentation importante du colmatage de l'installation de filtration a été constatée à la suite des phases de projection thermique.

Des émissions diffuses ont été constatées à proximité de la cabine de projection thermique notamment lors d'opérations de nettoyage par l'opérateur utilisant l'air comprimé à la suite d'une phase de projection. Ainsi, la concentration en nombre de particules est à environ 1×10^5 particules / cm^3 . La concentration d'ambiance de fond du local se situe à 6×10^4 particules / cm^3 .

Concernant l'exposition professionnelle non réglementaire, différents niveaux de concentration en nombre de particules ont été mesurés au niveau de l'opérateur en fonction du temps d'attente de celui-ci pour accéder à la cabine à la suite d'une phase de projection.

Ainsi si l'opérateur rentre immédiatement dans la cabine après la phase de projection, la concentration en nombre de particules est d'environ 2×10^5 particules / cm^3 . Avec l'utilisation de l'air comprimé, celle-ci devient supérieure à 2×10^5 particules / cm^3 . Après cinq minutes d'attente, la concentration en nombre de particules est d'environ 8×10^4 particules / cm^3 .

Les clichés de microscopie électronique à transmission (MET) (Figure 25) réalisés sur des échantillons prélevés dans la cabine confirment la présence de nombreuses particules micrométriques et surtout nanométriques (Figure 25) issues du procédé.

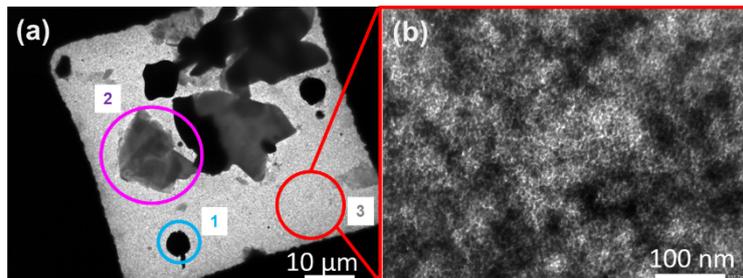


Figure 25 : (a) Prélèvement de microscopie des particules contenues dans les fumées de la cabine. Clichés de particules micrométriques en forme de billes contenu (1), sous forme de plaquettes (2) et un fond nanométrique très important (3) - (c) Grille colmatée de particules nanométriques

Des dépôts importants de poudres métalliques ont été observés en de nombreux points, dans l'ensemble de la cabine de projection thermique. Un risque de remise en suspension de ces particules en raison des activités de l'opérateur (utilisation d'air comprimé, balai, aspirateur non spécifique ou simple intervention dans la cabine) est donc présent, ce qui peut également générer la formation d'une atmosphère explosive selon le niveau d'inflammabilité et d'explosivité des poussières considérées. L'inflammation d'un nuage de poussières est susceptible également de favoriser la mise en suspension des dépôts, pouvant entraîner une explosion secondaire et une atteinte aux équipements.

De plus, les dépôts métalliques ramassés au sol avec un balai et une pelle sont entreposés dans des collecteurs poubelles ouvertes à l'intérieur de la cabine. Puis, ils sont transportés vers des locaux du site à un point de collecte ouvert et sont ensuite collectés dans un « big-bag ». Les émissions formées lors du

remplissage du big-bag ne sont pas captées et les opérateurs ne sont pas nécessairement munis de protections individuelles.

Une des poudres utilisées est considérée comme non inflammable d'après la fiche de données de sécurité (FDS). Mais elle est combustible et ses fines particules mises en suspension peuvent former une atmosphère explosive (ATEX). A noter que l'avertissement du risque d'explosion n'est que rarement présent dans les fiches de données de sécurité. Toutefois, il faut noter qu'il y a nécessité de caractériser l'explosivité des poussières dans le cadre de Reach suite à la publication du règlement (UE) 2020/878 du 18 juin 2020 modifiant l'annexe II du Règlement Reach (FDS) qui a introduit dans la rubrique 2 « identification des dangers » : « Des informations doivent être données sur d'autres dangers qui n'entraînent pas la classification, tels que les risques d'explosion de poussière. L'ajout de la mention "Peut former un mélange poussière-air explosible en cas de dispersion" est approprié en cas de danger d'explosion de poussière. »

En présence d'une source d'inflammation, l'utilisation de ce type de poudre est donc susceptible d'entraîner une explosion et sa propagation dans le système de captage et de filtration, si ces derniers ne sont pas correctement dimensionnés en prenant en compte spécifiquement les caractéristiques de sécurité des poussières considérées.

Pour le procédé de projection thermique HVOF, les émissions canalisées, diffuses et l'exposition professionnelle non réglementaire ont pu être étudiées avec l'utilisation d'une poudre métallique de granulométrie micrométrique (10 µm et 50 µm) composée de carbure de tungstène et d'un carburant hexol D60.

Pour les émissions canalisées, les mesures simplifiées réalisées en sortie de l'installation de filtration équipée de filtres en polyester antistatiques lors de phase de projection thermique ont mis en évidence la présence de nombreuses particules métalliques.

Le suivi temporel du nombre de particules indique que la concentration en nombre est très élevée en aval du caisson de filtres (supérieur à 1×10^5 particules / cm^3) et les clichés de microscopie électronique à transmission (MET) confirment la présence de particules micrométriques et surtout **nanométriques** (

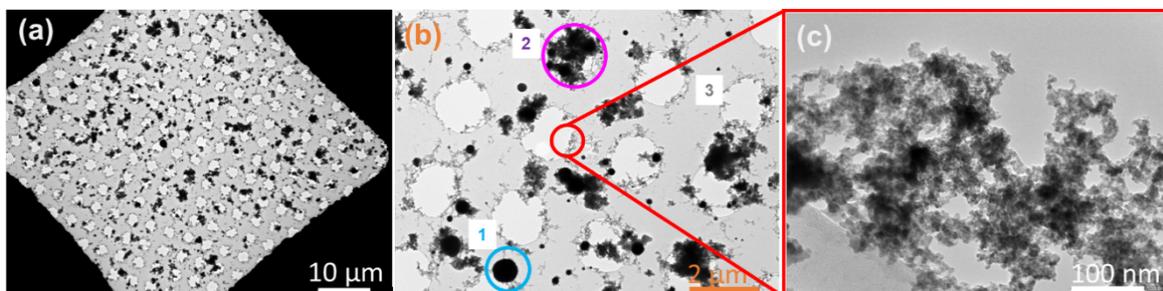


Figure 26) issues du procédé (Figure 27).

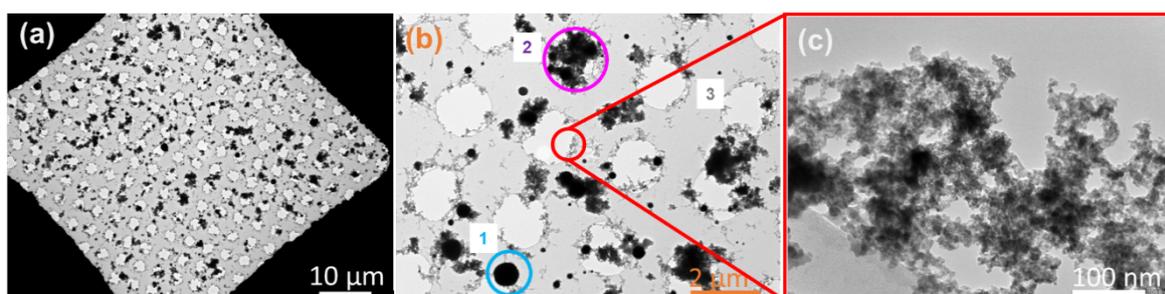


Figure 26 : (a) Prélèvement de microscopie des particules contenues dans les fumées en aval de l'installation de filtration - (b) Clichés de particules micrométriques en forme de billes (1), sous forme d'amas (2) et de nombreux agrégats nanométriques (3) - (c) agrégats nanométriques

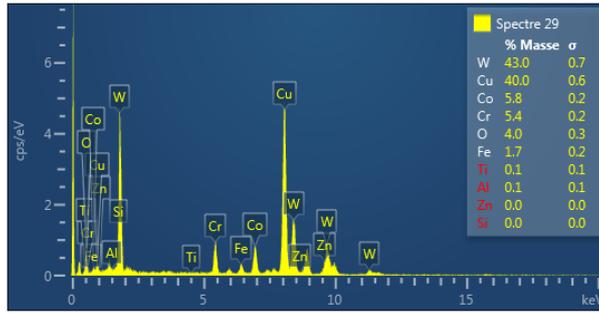


Figure 27 : Spectres EDX confirmant l'origine des particules

Comme pour le procédé de projection thermique à plasma, il a été constaté les mêmes sources potentielles d'émissions diffuses et, lors de l'accès à la cabine directement à la suite d'une opération de projection, l'opérateur est exposé à une concentration en nombre de particules supérieure à 2×10^5 particules / cm^3 ainsi qu'à une ambiance thermique élevée ($> 40^\circ\text{C}$). Les clichés de microscopie électronique à transmission montrent la présence de particules nanométriques (Figure 28) issues du procédé.

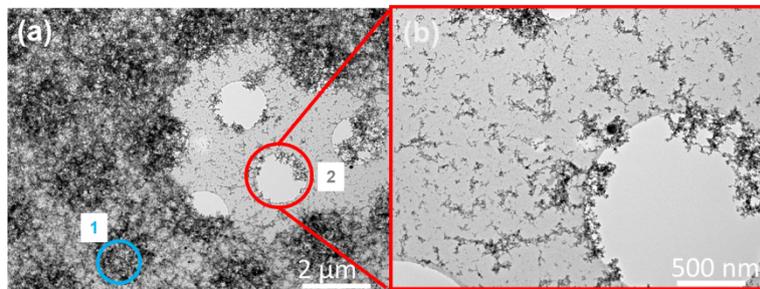


Figure 28 : (a) Prélèvement de microscopie des particules contenues dans les fumées de la cabine - Clichés de particules sous forme d'amas nanométriques (1) et agrégats nanométriques (2) - (b) agrégats nanométriques

Les différentes étapes des procédés étudiés sont résumées sous forme de « schéma bloc ». Celles-ci (Figure 29) ont été construites à partir des observations, des discussions et des mesures qualitatives réalisées lors des visites. Les flux de matière (poudre, déchets) ainsi que les sources d'émissions diffuses et canalisées sont également représentés. Enfin, ils permettent de donner un aperçu global des différents types d'émissions potentiellement présents.

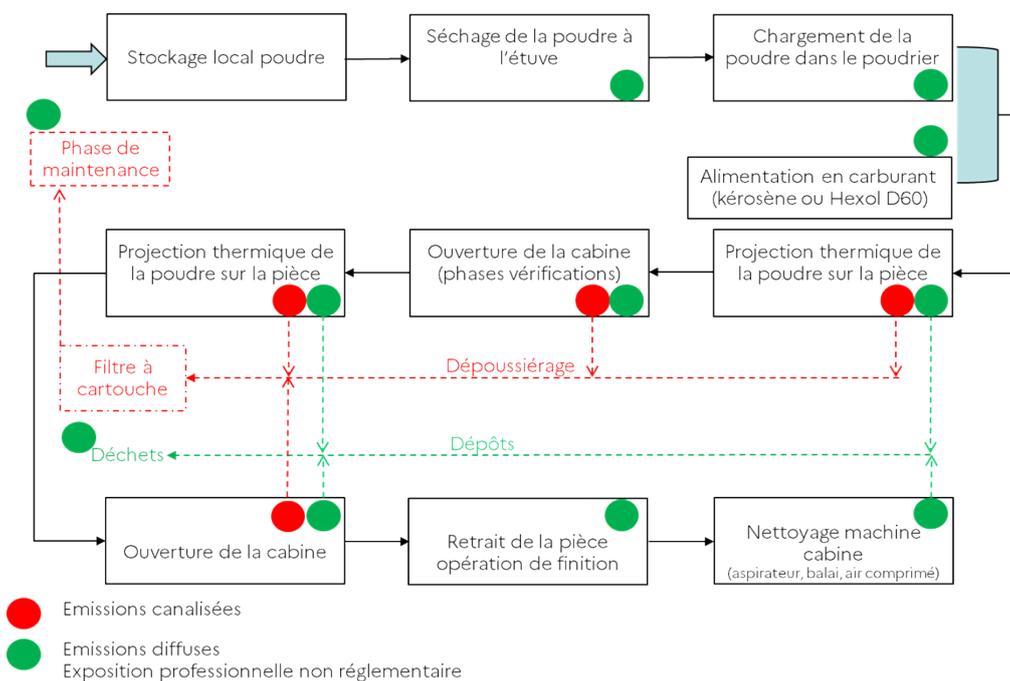


Figure 29 : Schéma bloc des différentes étapes de production du procédé de projection thermique plasma et HVOF

5.2.2. Visite du site du partenaire 2

Pour cette visite de site, trois types de procédés ont été évalués lors d'opérations d'essais.

1. Projection thermique à plasma atmosphérique (APS)
2. Projection thermique de flamme à haute vitesse (HVOF)
3. Projection thermique à plasma atmosphérique sous vide
4. Atomisation de poudres métalliques

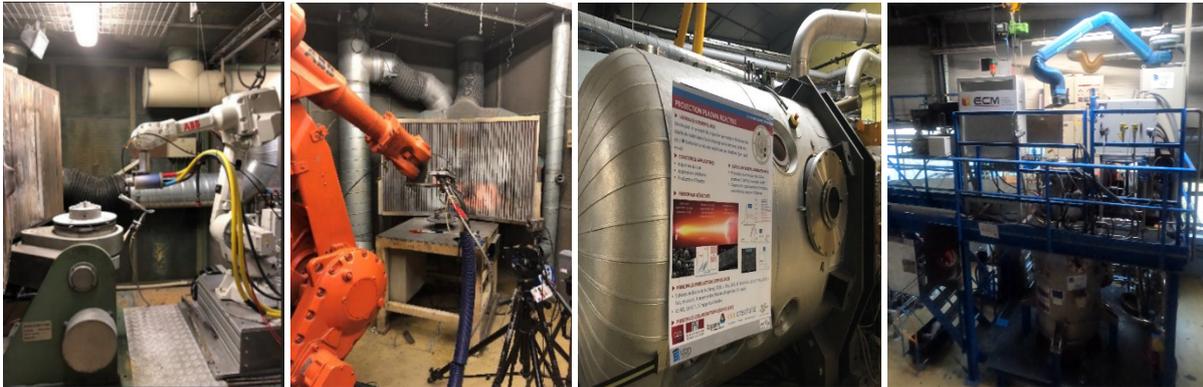


Figure 30 : Projection thermique à Plasma, HVOF plasma sous vide (VPS) et tour d'atomisation sous atmosphère inerte

Pour les procédés de projection thermique 1 à 3, seules les émissions diffuses et l'exposition professionnelle non réglementaire ont pu être étudiées lors d'opérations d'essais.

Ainsi une opération de remplissage des poudriers réalisée sous un bras d'aspiration et avec équipement de protection respiratoire pour l'opérateur a été évaluée.



Figure 31 : Poudriers équipés de bras d'aspiration

La concentration en nombre de particules est globalement de 3×10^4 particules / cm^3 lors de cette phase (bruit de fond ambiant se situant entre 3×10^3 et 2×10^4 particules / cm^3). L'observation des clichés de microscopie électronique à transmission montrent la présence de quelques particules de métal de taille micrométrique issues de la poudre (Figure 32).

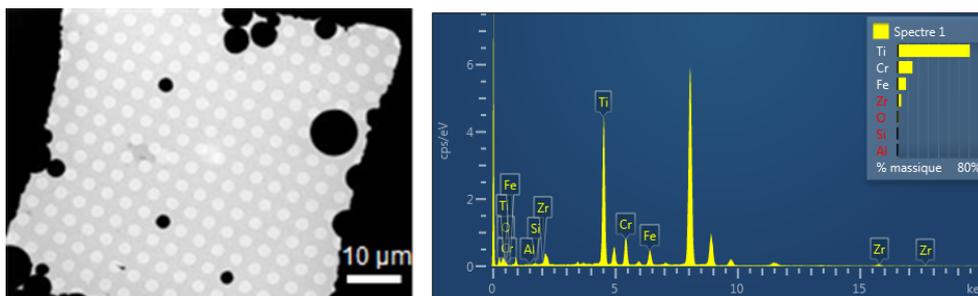


Figure 32 : Présence de particules sphériques de taille micrométrique - Spectres EDX confirmant l'origine des particules

Le suivi temporel de la concentration en nombre de particules a également été mesuré dans la cabine de projection à plasma lors d'une projection de poudre d'oxyde titane sans substrat directement sur le panneau aspirant ($> 1 \times 10^5$ particules / cm^3). Après un temps d'attente de 10 minutes pour assurer un renouvellement d'air suffisant, à la fin de l'opération de projection thermique, le seuil de concentration dans la cabine redevient proche du bruit de fond ambiant.

Des mesures de gaz ont été effectuées par le partenaire 8 avec l'analyseur de gaz Blue X-FLR9 dans la cabine de projection thermique HVOF lors d'une phase de projection. Mais les contraintes techniques n'ont pas permis la phase d'identification de molécules. La durée de la mesure (procédé très rapide) et les vibrations acoustiques du procédé ont perturbé la mesure, mettant l'analyseur en mode « alerte ».

Les différentes étapes des procédés étudiés sont résumées sur la Figure 29 et le cycle de la poudre, depuis son arrivée sur le site de production jusqu'à l'évacuation des sous-produits, est résumé sur la Figure 33.

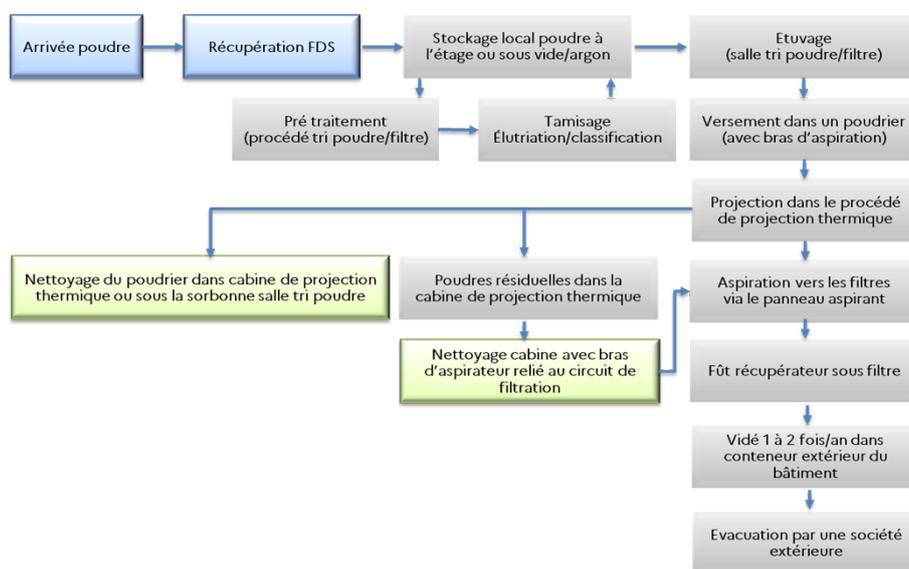


Figure 33 : Cycle de la poudre du procédé de projection thermique à plasma

Pour le procédé de projection thermique sous vide, la concentration en nombre de particules mesurée dans la cabine est de 3×10^4 particules / cm^3 (le bruit de fond ambiant se situant entre 3×10^3 et 2×10^4 particules / cm^3).

Les différentes étapes des procédés étudiés sont résumées sur la Figure 34.

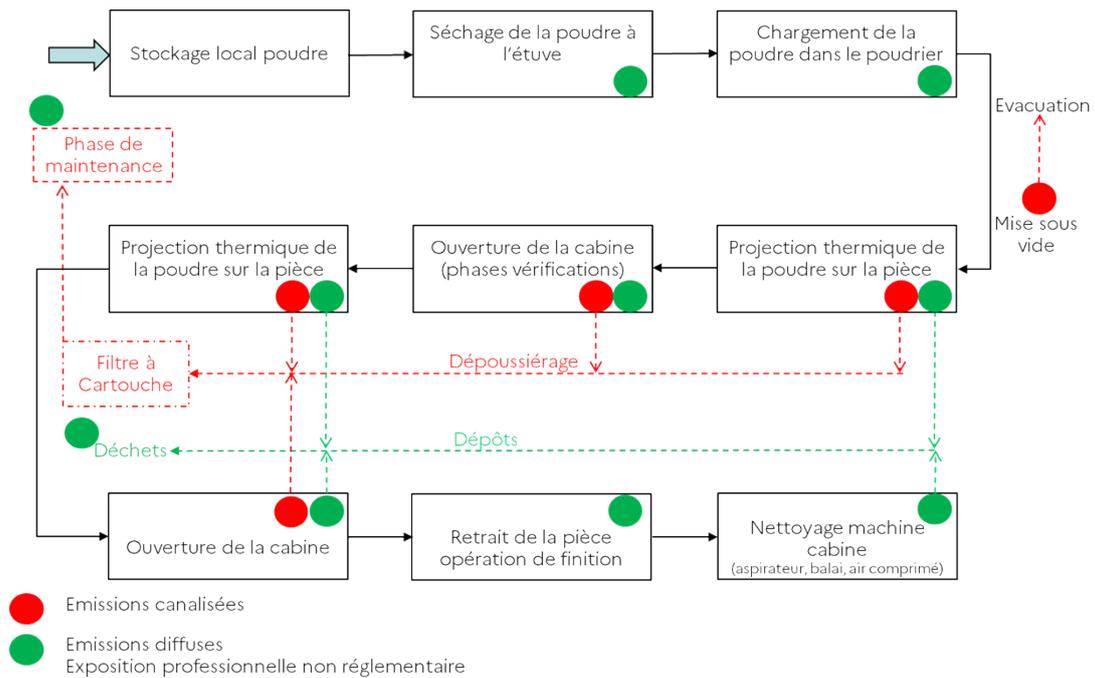


Figure 34 : Schéma bloc des différentes étapes de production du procédé de projection thermique sous vide

Le procédé d'atomisation de poudres métalliques sous atmosphère inerte (argon) étant à l'arrêt lors de nos visites, celui-ci n'a pas pu faire l'objet d'une étude de ses émissions canalisées. Cependant les opérations de nettoyage et démontage ont pu être observées et des émissions diffuses ainsi que des expositions professionnelles à des aérosols ont pu être constatées au cours de ces opérations. Ce procédé est confiné sous atmosphère inerte, en raison de la production de poudres très réactives facilement inflammables à l'air libre (problématique dite de pyrophoricité). Une étude des potentielles émissions canalisées et diffuses lors d'une phase d'atomisation semble donc intéressante. Par la suite ces poudres sont conditionnées sous atmosphère inerte dans des containers dédiés en acier.



Figure 35 : Containers sous atmosphère inerte

A noter, l'utilisation de systèmes d'aspiration reliés aux installations de filtration pour le nettoyage des divers procédés étudiés permet de réduire ainsi les émissions diffuses, l'exposition professionnelle et la remise en suspension des particules.



Figure 36 : Dispositif d'aspiration relié aux installations de filtration

Les différentes étapes du procédé étudié sont résumées (Figure 37) et le diagramme des poudres est présenté (Figure 38).

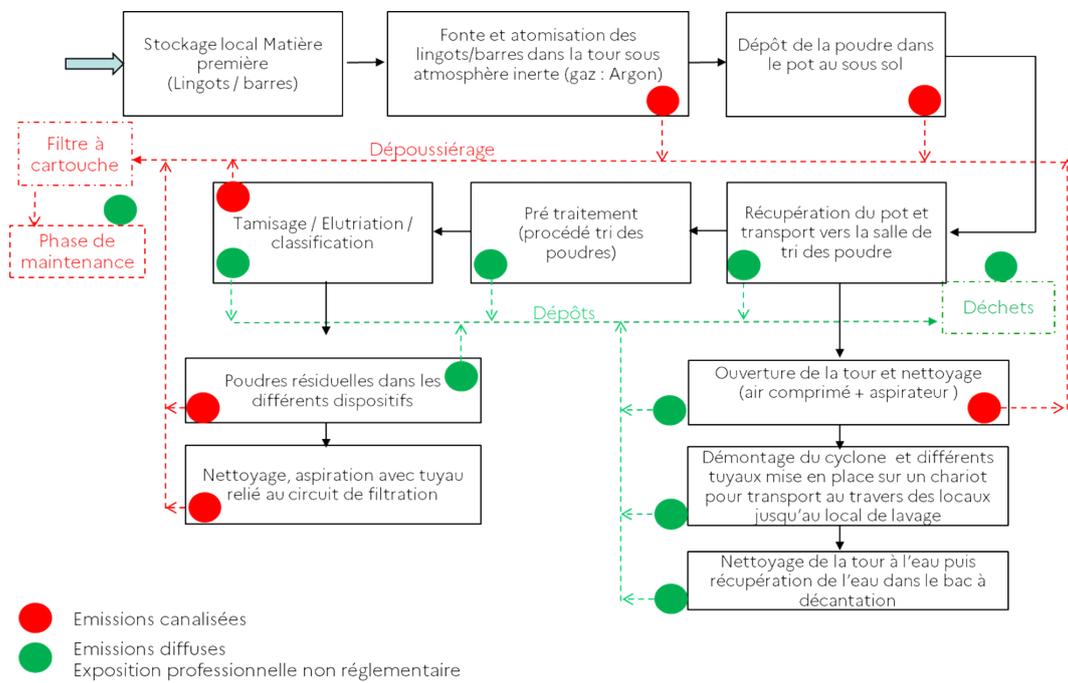


Figure 37 : Schéma bloc des différentes étapes de production du procédé d'atomisation de poudre métalliques

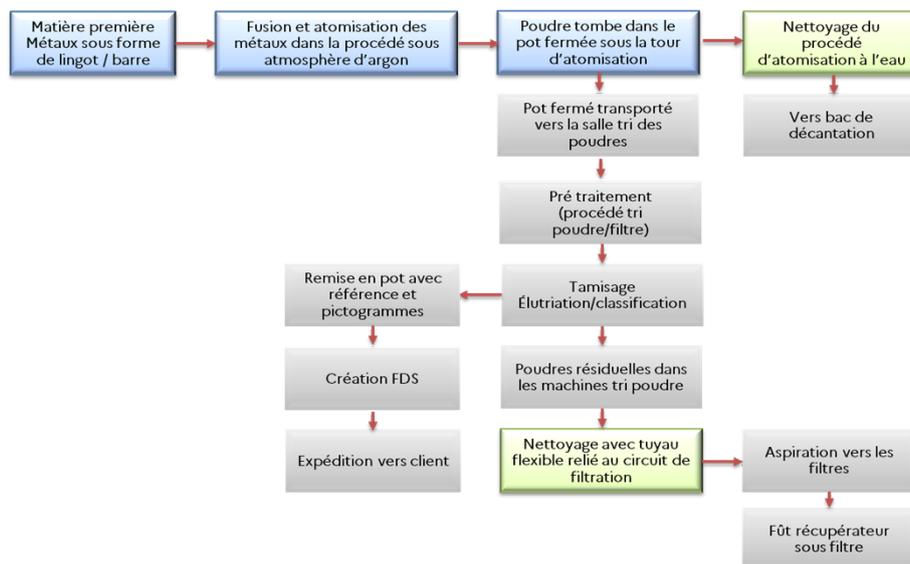


Figure 38 : Cycle de la poudre du procédé d'atomisation de poudre métalliques

5.3. Visite du site du partenaire 6

Les émissions diffuses et l'exposition professionnelle non réglementaire d'un procédé de fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre (SLM : Selective Laser Melting) ont été étudiées lors des opérations de nettoyage et de dépoudrage des pièces fabriquées.



Figure 39 : Machine de fabrication additive EOS 280 et chambre de fabrication

Le suivi temporel de la concentration en nombre de particules a été mesuré en fin de production à l'ouverture de la chambre de fabrication pour récupération des pièces fabriquées (5×10^4 particules / cm^3 pour un fond de 10^4 particules / cm^3), puis lors du nettoyage final avec l'utilisation d'un aspirateur et de jet d'air comprimé ($> 6 \times 10^4$ particules / cm^3). L'observation des clichés de microscopie électronique à transmission (MET) (Figure 40) confirme la présence de rares particules sphériques métalliques composées de fer, chrome et nickel issues de la poudre du procédé.

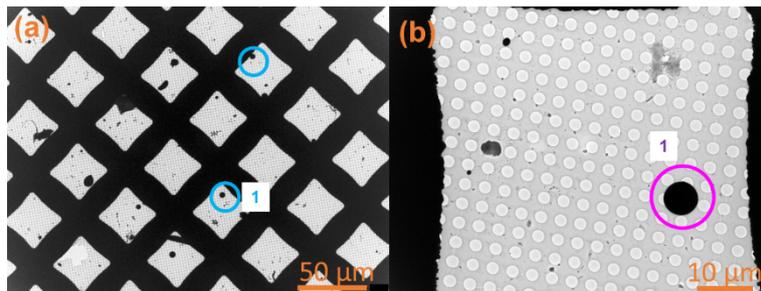


Figure 40 : (a et b) Prélèvement de microscopie des particules contenues dans l'air ambiant - Clichés de particules sphériques micrométriques (1)

Des mesures de gaz ont été effectuées par le partenaire 8 avec l'analyseur de gaz Blue X-FLR9, utilisant la spectrométrie laser d'absorption différentielle en sortie du procédé lors d'une production. Il n'a pas été détecté de substances spécifiques au-dessus du seuil de détection.

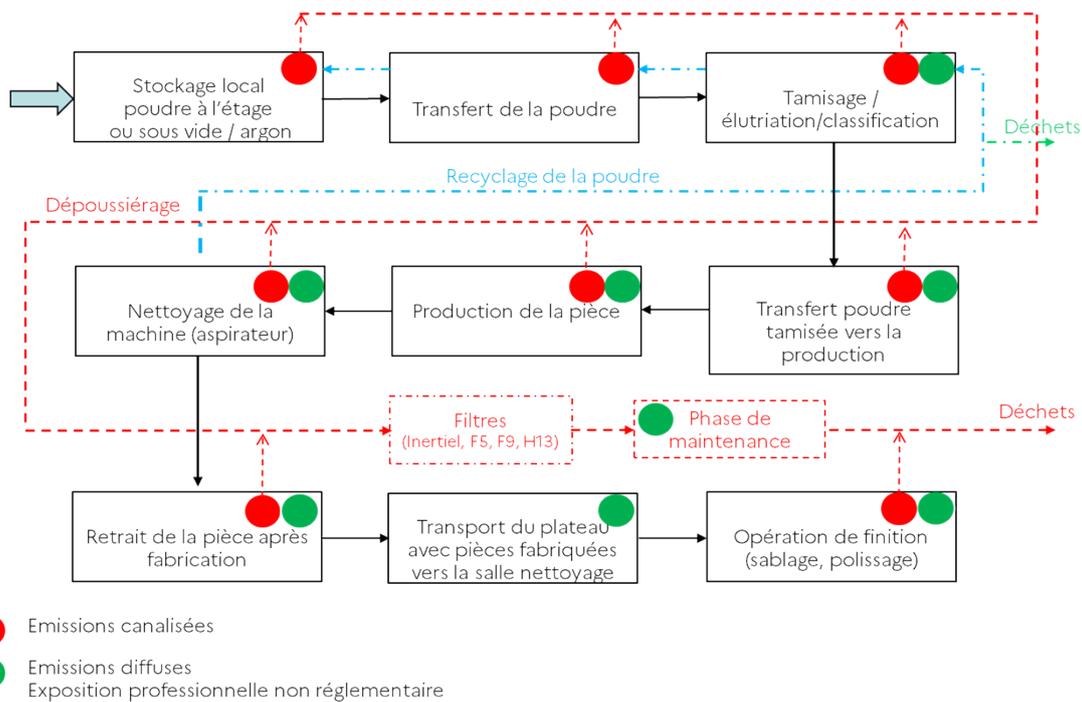


Figure 41 : Diagramme des poussières de la fabrication additive par fusion laser

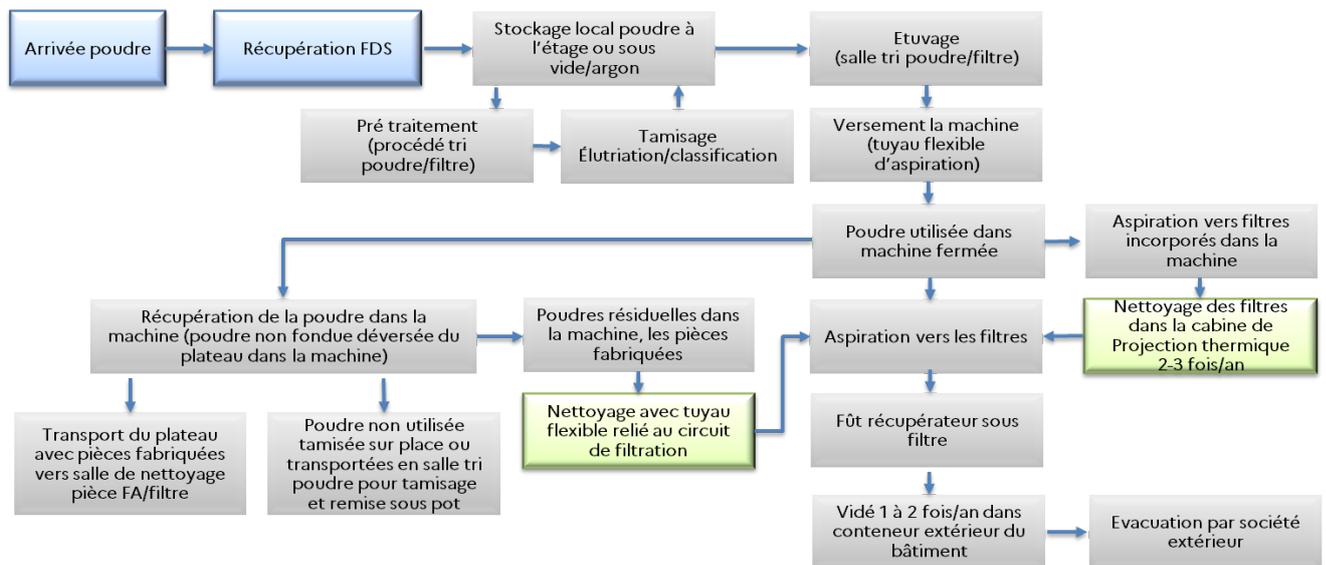


Figure 42 : Cycle de vie de la poudre du procédé de fabrication additive par fusion laser

5.3.1. Visite du site du partenaire 7

Le partenaire 7, produit des poudres d'aluminium via un procédé semi-confiné d'atomisation. Les opérations de production d'aluminium comportent différentes phases (fusion, atomisation, tamisage, séparation et conditionnement). La poudre produite sous forme de particules plus ou moins sphériques est véhiculée par aspiration via la tour d'atomisation vers l'ensemble cyclone, multi-cyclone, tamis.

La première sélection granulométrique des poudres est réalisée avec le cyclone qui permet de piéger une partie de la poudre vers un tamis afin d'éliminer d'une part les particules dites « hors normes » (refus dans la cadre de la production) et de récupérer à l'issue du tamisage la poudre principale (25 µm). Ces poudres sont ensuite stockées en fûts.

La seconde sélection granulométrique des poudres est réalisée avec le multi-cyclone qui permet de piéger des poudres de 4 à 5 µm stockées en fûts. Puis un filtre à manche monté en série avec le multi-cyclone permet de récupérer les poudres inférieures à 3 µm. Les poudres récupérées après la sélection du cyclone et multi-cyclone sont conditionnées en fûts ouverts qui sont acheminées via un tapis roulant sous tunnel avant d'être fermés manuellement et déchargés dans une zone de stockage.

Les zones potentiellement critiques en termes d'émissions diffuses (étoiles 1-6 de la Figure 43) ont été repérées après une première visite et un plan de prélèvement a été réalisé afin de pouvoir faire les mesures tout en respectant les contraintes de production (autorisation, zonage ATEX).

Les points de prélèvement sont résumés ci-dessous :

- **Production et ventilation d'extraction en fonctionnement**

1. Salle des fours de fusion et auget ;

- **Production à l'arrêt et ventilation d'extraction en fonctionnement (zone ATEX)**

2. Prélèvement lors de la prise échantillon qualité de la poudre principale ;
3. Tamiseur du cyclone (salle) et le tunnel de transport des poudres en fût ;
4. Zone du multi-cyclone ;
5. Zone du filtre à manche / trémie ;
6. Au niveau de la trappe normalisée de la cheminée.

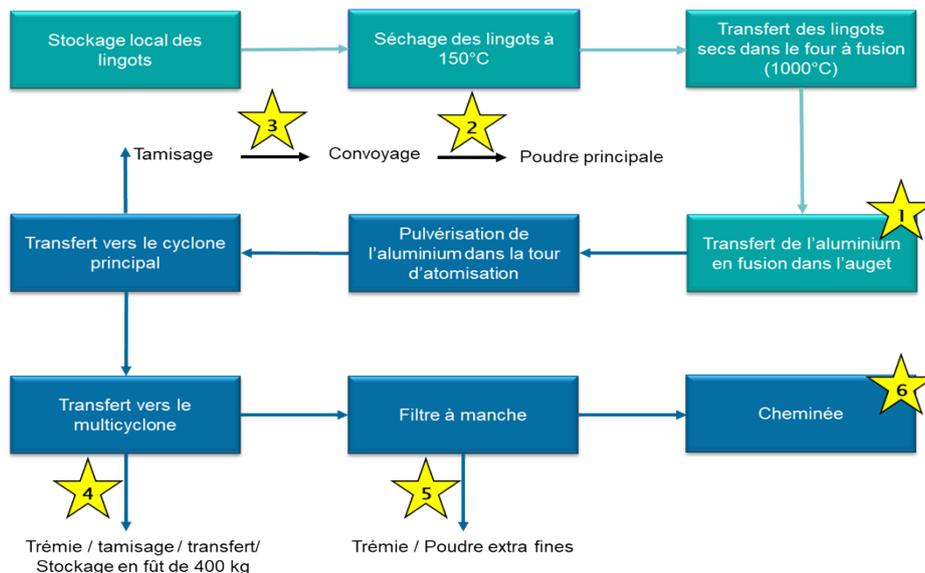


Figure 43 : Schéma global des installations visitées et des mesures réalisées

Des mesures et prélèvements complémentaires ont été réalisés également dans des bâtiments dédiés au malaxage des poudres et à leur mélangeage avec du white spirit :

- Au niveau du tamiseur, dans la salle malaxeur pendant une opération de versement de fût (Repère. 7) ;
- Au niveau du malaxeur pendant une opération de versement de fût (Repère. 8) ;
- Au niveau des broyeur (chargement de la poudre) avant ajout de white spirit (Repère. 9).

Bilan des mesures de particules effectuées :

- Pendant la phase de production, l'étape la plus critique en termes d'émissions diffuses concerne l'utilisation des fours de fusion, le procédé en lui-même étant relativement bien confiné à l'exception de la zone de convoyage. Des mesures ont été effectuées dans cette zone en phase d'arrêt et les niveaux sont plus élevés que le bruit de fond ($\sim 3 \times 10^4$ particules / cm³).
- Les phases transitoires (e.g. vidange de trémie, remplissage de fûts) sont émissives, entraînant le classement en zone ATEX de ces zones.

Repère	Mesures (à proximité)	Concentrations (Particules / cm ³)
--------	-----------------------	--

1	De l'auget - salle des fours de fusion (~50 °C)	4x10 ⁴
1.2	Fours de fusion (~50 °C)	1x10 ⁶
2	Lors de la prise d'échantillon qualité de la poudre principale,	3 à 4x10 ³
3	Salle de tamisage du cyclone	1x10 ⁴
3.1	Système de récolte des poudres (début du tunnel)	3x10 ⁴
3.2	Au centre du tunnel d'acheminement des poudres	2x10 ⁴
3.3	En sortie du tunnel d'acheminement	1x10 ⁴
4	Zone du multi-cyclone	5 à 6x10 ³
5	Zone du multi-cyclone	1x10 ⁴
6	Cheminée d'extraction (derrière le portail)	2x10 ³
6.1	Cheminée d'extraction (devant le portail avec relance de la ventilation)	9x10 ⁴
6.2	En sortie de la cheminée d'extraction via la trappe normalisée	100
7	Tamisage de la salle malaxeur lors d'une opération de versement de fût	3 à 8x10 ⁴ source variable non identifiée
8	Chargement du malaxeur	Bruit de fond ~5x10 ³
9	Broyeurs (chargement poudre) avant ajout de white spirit	Bruit de fond ~5 à 8x10 ³

Tableau 3 : Points de mesures et niveau de concentrations en particules / cm³

Une procédure spécifique a été définie avec le partenaire 7 afin de réaliser des prélèvements exploratoires avec un arrêt temporaire de l'atomiseur tout en conservant la ventilation du système. La sortie de cheminée a d'abord été instrumentée lors d'un arrêt de production puis le procédé a été redémarré à vide (les tuyères d'injection au niveau de l'atomiseur injectaient seulement de l'air). Ces mesures en sortie de cheminée n'ont donc pu être réalisées dans des conditions de fonctionnement représentatives, les appareils de mesures utilisés n'étant pas tous certifiés comme équipement ATEX. De même, les mesures réalisées dans la salle au niveau du système de récolte des poudres ont été effectuées juste après l'arrêt du système de production. Les concentrations en sortie de cheminée en aval du filtre à manche sont faibles, la grande majorité des poussières étant captées sur le filtre. Le partenaire 7, réalise de manière régulière des mesures de concentration massique par un laboratoire sous-traitant : les mesures effectuées révèlent des concentrations massiques en particules totales bien inférieures à la valeur limite d'émission définie dans l'arrêté préfectoral en vigueur.

Dans la zone de production, au niveau de l'atomiseur, on est en-dessous de la concentration minimale d'explosion (CME) qui est typiquement de l'ordre 30 g/m³ pour de l'aluminium. Les concentrations de poussières deviennent supérieures à la CME au niveau des cyclones qui sont classés en zone ATEX. Bien que les débits d'air dans les canalisations de transport des poudres n'aient pas été communiqués, il semble d'après le retour d'expérience de l'industriel que les vitesses d'aspiration soient suffisantes pour éviter des dépôts à l'intérieur des canalisations. Les différents zonages ATEX ont été communiqués par l'industriel et sont en cohérence avec les éléments disponibles relatifs aux opérations normales de production et de collecte des poudres. Afin d'éviter le reflux potentiel de poudre en amont du procédé au niveau de l'atomiseur et la formation d'une atmosphère potentiellement explosive, le système de ventilation est dimensionné de telle sorte à maintenir l'aval du procédé en dépression. Il existe également des zones ATEX au niveau des pieds des systèmes de filtration (cyclone, multi-cyclone, filtre à manche). Pour plus d'informations sur l'étude des scénarios d'émissions accidentelles massives, on peut se référer à l'étude de danger réalisée par l'industriel. A noter que les caractéristiques utilisées dans l'EDD proviennent des FDS des produits dont les caractéristiques de sécurité diffèrent des sous-produits. Pour toute installation industrielle, la connaissance de l'inflammabilité et de l'explosivité des différents produits rencontrés est essentielle afin de réduire le risque de formation d'atmosphères explosives et les risques d'émissions accidentelles potentiellement massives au regard des émissions diffuses. On estime qu'à l'échelle globale, les rejets accidentels ne représentent que 0,1% des rejets totaux.

Mais à l'échelle d'une usine, dans plusieurs cas, la quantité rejetée a dépassé de loin le total des rejets chroniques annuels comme a pu le mettre en avant l'Ineris dans le cadre du projet européen de recherche NanoFASE (B. Debray, J.-L. Lacome, A. Vignes, F. Gottschak, Nanofase deliverable summary - 4.4. Catalogue of potential accidental releases and accidental release model, juillet 2019, <http://nanofase.eu/>).

Synthèse des visites préliminaires

- 4 visites de sites
- 7 procédés métallurgiques
 - 4 projections thermiques (à plasma, à plasma sous-vide et HVOF)
 - 1 fabrication additive par fusion laser de poudres métalliques
 - 2 atomisations de poudres métalliques (sous atmosphère inerte et sous air)
- Instrumentations simplifiées (compteur de particules + analyses MET)

	Emissions canalisées	Emissions diffuses	Exposition non réglementaire
Projection thermique	Présence de particules nanostructurées en amont et aval de l'installation de filtration. Une augmentation du colmatage de l'installation de filtration a été constatée à la suite des phases de projection thermique.	Présence d'émission en proximité de la cabine lors de phase de nettoyage Les observations des pratiques suggèrent de possibles émissions à l'intérieur et extérieur des locaux.	Présence de particules nanostructurées et micrométriques dans la cabine
Fabrication additive	Mesure de gaz pas d'émissions	Mesures autour de la pratique des opérateurs avec présence dans la zone de travail de particules micrométriques liées aux opérations de nettoyage ($> 6 \times 10^4$ pp/cm ³ et bruit de fond à 1×10^4)	
Atomisation	Conditions de fonctionnement non représentatives (Partenaire 7)	Les mesures réalisées n'ont pas mis en évidence des émissions particulièrement élevées de particules (Partenaire 7)	
	(Partenaire 2) pas de mesure lors des visites, mais intérêt d'effectuer une campagne de mesures sur une installation de taille réduite permettant la réalisation de mesures des émissions (canalisées et diffuses).		

Tableau 4 : Synthèse des visites préliminaires

5.4.Choix des sites pour des campagnes complètes

Sur la base des mesures réalisées dans le cadre des visites préliminaires (5.2. Bilan des visites), il apparaît que la projection thermique (partenaires 4 et 2) est le procédé métallurgique qui génère le plus grand nombre de particules nanométriques métalliques au niveau du poste de travail mais aussi au niveau des émissions canalisées. En effet, les poudres micrométriques métalliques injectées tendent à être transformées en particules nanostructurées.

Pour les deux autres procédés métallurgiques étudiés à savoir :

- La fabrication additive par laser : il apparaît que les opérations de nettoyage et de retrait des pièces sont des opérations significatives en termes d'émissions diffuses et d'exposition professionnelle. L'étude des émissions canalisées de particules lors de phase de fabrication paraît donc nécessaire.
- L'atomisation de poudres métalliques : deux types de procédés ont été étudiés à savoir l'atomisation de poudres métalliques sous gaz inerte (partenaire 2) et sous air (Partenaire 7). Pour ce dernier, les mesures simplifiées lors de la visite n'ont pas mis en évidence des émissions de particules importantes. Il n'a toutefois pas été possible d'étudier l'ensemble des opérations (vidange de trémie, remplissage de fûts, etc.) en raison des protocoles de sécurité mis en place dans le cadre de la gestion des risques ATEX. Pour l'atomisation de poudres métalliques sous gaz inerte, il semble intéressant d'étudier de potentielles émissions lors de phase d'atomisation, dans l'environnement immédiat du procédé.

En conclusion, à la suite des visites de site, des résultats de mesures simplifiées et observations qualitatives réalisées, les trois procédés métallurgiques disponibles chez le partenaire 2 et le procédé de projection thermique à plasma du partenaire 4 ont été choisis pour réaliser les campagnes de mesures approfondies. Le site du partenaire 2 permet à la fois de disposer de l'ensemble des procédés mais aussi de pouvoir réaliser des essais paramétriques. Enfin le procédé de projection thermique à plasma a été choisi pour l'étude du potentiel de réduction des émissions.

6. Synthèse des campagnes de mesures

Dans ce chapitre, les campagnes de mesure avec un déploiement complet d'instruments sont présentées. Les résultats et diverses observations y sont consignés.

6.1. Campagne 1 - Partenaire 4 – Projection thermique à plasma

6.1.1. Présentation de l'installation et des points de mesure

6.1.1.1. Présentation de l'installation

L'installation où les mesures sont effectuées est présentée sur la Figure 45. Une cabine de projection plasma sous air à la pression atmosphérique (APS) est localisée dans un atelier proche d'une halle. Un opérateur a la charge de la cabine. A l'intérieur de celle-ci, il y a une torche plasma dirigée vers la pièce à traiter. Au regard de la torche, un dispositif de capture des gaz et des particules est présent. Le flux de particules captées par le panneau est acheminé vers un caisson de filtre avant d'être rejeté en cheminée. Un panneau de contrôle est placé à l'extérieur de la cabine et permet de contrôler la torche plasma. Le réservoir des poudres injectées dans la torche est également situé à l'extérieur. Les caractéristiques des poudres sont présentées dans le Tableau 5.

Poudres utilisées	Granulométrie	Composition	Débit d'injection	Rendement estimé
450 NS (Sous-couche)	45 µm	Nickel (94%), Aluminium (4-5%), Liant organique (1-2%)	60,7 g / min	50 à 60%
320 NS (Couche)	22 µm	Aluminium (64%), Nitrure de bore (20%), Silicium (8%), Composés organiques (8%)	28,6 g / min	50 à 60%

Tableau 5 : Poudres utilisées lors des mesures. Informations fournies par le fabricant

Les cycles de projection ont été réalisés suivant le protocole de production (Tableau 6).

Phase	Durée totale	Mode opératoire
Phase 1 1 cycle	15 min	Application d'une sous-couche (poudre 450NS) sur la pièce de travail. Cette phase 1 correspond à 1 cycle de projection d'une durée de 10 min. A la fin de ce cycle, l'opérateur réouvre la cabine et entre dans celle-ci pour vérifier la qualité l'application avant de débiter la phase 2.
Phase 2 10 cycles	120 min	Application de 10 couches (poudre 320NS) sur la pièce de travail. Cette phase 2 correspond à 10 cycles de projection d'une durée de 10 min. A la fin de chaque cycle, l'opérateur réouvre la cabine et entre dans celle-ci pour vérifier la qualité de l'application entre chaque cycle. Chaque cycle est espacé d'environ 5 min.

Tableau 6 : Description et durée des différentes phases de production

Dans cette installation, plusieurs points de mesure ont été définis pour caractériser les émissions ; ils sont présentés ci-après en Figure 45.

6.1.1.2. Présentation des points de mesure #1 et #2

La mesure de l'émission de particules via le conduit d'évacuation a été réalisée en amont (#2) et en aval (#1) du caisson de filtres en utilisant les instruments APS et DMS 500 pour mesurer des concentrations en nombre et des distributions en taille. Des prélèvements sur filtre ont également été réalisés pour déterminer les masses totales de particules en amont et en aval des filtres (dans le but d'évaluer une efficacité de filtration).

Les mesures de concentrations de particules peuvent être difficiles à déterminer avec précision dans un conduit. Des protocoles normalisés ont été établis pour les rejets canalisés. La détermination de concentration en masse de poussières dans les conduits est décrite par la norme (NF EN 13284-1). L'installation présentée dans cette étude n'a pas été conçue pour pouvoir appliquer ces protocoles, ceux-ci nécessitant par exemple des sections droites, des trappes normalisées etc. De plus, les temps de projection étant très court (10 minutes), les protocoles ont été adaptés.

Les débits dans le conduit ont été mesurés selon la norme ISO 10780. Le prélèvement de particules vers les instruments a été assuré avec une ligne en acier inoxydable dont l'une des extrémités a été équipée d'une buse alignée sur le flux de l'effluent. L'autre extrémité de la ligne était connectée à un diviseur de débit à 4 voies reliée aux instruments APS, DMS 500, préleveur sur filtres (TSP pour Total Suspended Particles ou concentration en poussières totales) et MPS.

Un schéma de principe de ce dispositif est présenté sur la Figure 44. Afin d'assurer un prélèvement qui ne sous-estime (ni ne surestime) les concentrations, celui-ci se doit être isocinétique. Un débit d'ajustement est donc nécessaire une fois les débits des instruments établis afin que la vitesse à l'entrée de la buse soit identique à la vitesse à l'entrée du diviseur de débit (isocinétisme). La détermination des concentrations a été réalisée en restant au plus proche des contraintes normatives tout en s'adaptant à l'installation du partenaire. Le Tableau 7 résume les mesures effectuées autour des points #1 et #2 ainsi que leur chronologie en fonction des cycles de production. La mesure des teneurs en métaux a également pu être réalisée. Il est à noter que les prélèvements MPS ont été pratiqués en alternance avec les prélèvements TSP sachant qu'ils ne prennent que 30 secondes tout au plus ($1\text{ s} < \text{durée de prélèvement MPS} < 30\text{ s}$).

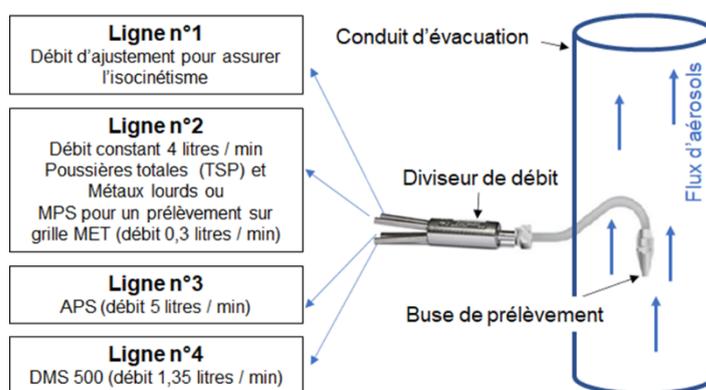


Figure 44 : Dispositif mis en place pour l'analyse dans les conduits d'évacuation

Poudre	Cycle	Point de mesure	DMS	APS	MPS	Métaux	Poussières TSP
450NS	0	Amont	-	-	X	-	-
		Aval	X	X	X	-	-
320 NS	1	Amont	-	-	-	-	-
		Aval	X	X	X	-	X
	2	Amont	-	-	X	-	-
		Aval	X	X	-	X	-

3	Amont	-	-	X	-	-
	Aval	X	X	X	-	X
4	Amont	-	-	X	-	-
	Aval	X	X	X	X	-
5	Amont	-	-	-	-	-
	Aval	X	X	-	-	-
6	Amont	X	X	-	-	X
	Aval	-	-	-	-	-
7	Amont	X	X	-	-	X
	Aval	-	-	-	-	-
8	Amont	X	X	-	X	-
	Aval	-	-	-	-	-
9	Amont	X	X	-	X	-
	Aval	-	-	-	-	-
10	Amont	X	-	-	-	-
	Aval	-	-	-	-	-

Tableau 7 : Synthèse des essais réalisés en amont et aval lors des différents cycles de production

6.1.1.3. Présentation des points de mesure #3 et #3 bis

La mesure en temps réel de la concentration en nombre de particules a été réalisée dans l'atelier où se trouve la cabine de projection plasma pour estimer la concentration ambiante (ou concentration de fond). Des mesures avec le compteur de particule CPC 3007 et le disc mini ont été effectuées. Le CPC 3007 a été placé près de la porte alors que le disc mini a été positionné plus loin (plusieurs mètres) de la porte de la cabine.

6.1.1.4. Présentation des points de mesure #4 et #5

Ces points correspondent à des mesures réalisées avec le Disc Mini et le MPS lorsque ceux-ci sont portés par l'opérateur. A la fin de chaque cycle, l'opérateur entre dans la cabine et vérifie la qualité du dépôt sur la pièce à traiter. Les mesures sont faites lorsque l'opérateur pénètre dans la cabine (#4) (Disc Mini, MPS) entre deux cycles et lorsque qu'il se trouve à l'extérieur de celle-ci, avec la porte fermée (#5) (Disc Mini).

6.1.1.5. Présentation des points de mesure #6 et #7

Des prélèvements ont été effectués aux points de mesure #6 et #7. Des poudres initiales (#6) et résiduelles (récupérées dans la cabine (#7) sur les parois et le sol pour ces dernières) ont été collectées. Celles-ci ont été analysées avec le Vortex Shaker pour déterminer et comparer l'indice de pulvérulence en nombre des poudres initiales avec celui des poudres collectées après fonctionnement du procédé.

Thèmes

Emission canalisée et filtration

#1 #2

Exposition non réglementaire

#4 #5

Emission diffuse

#3 #3 bis

Pulvérulence

#6 #7

Tailles et concentrations en particules



Mesures, instruments et point de mesure correspondant

- | | | | | | | |
|--|----|----|----|--------|----|----|
| (1) Efficacité de filtration
Gravimétrie des poussières totales(TSP) | #1 | #2 | | | | |
| (2) Concentration en nombre en temps réel
APS et DMS 500, CPC3007 and Disc Mini | #1 | #2 | #3 | #3 bis | #4 | #5 |
| (3) Granulométrie
APS et DMS 500 | #1 | #2 | | | | |
| (4) Microscopie électronique
Mini Particle Sampler (MPS) et JEOL 1400 | #1 | #2 | #4 | | | |
| (6) Concentration en masse des métaux
ICP / MS | #1 | #2 | | | | |
| (7) Indice de pulvérulence en masse et nombre
Méthode du Vortex Shaker | #6 | #7 | | | | |

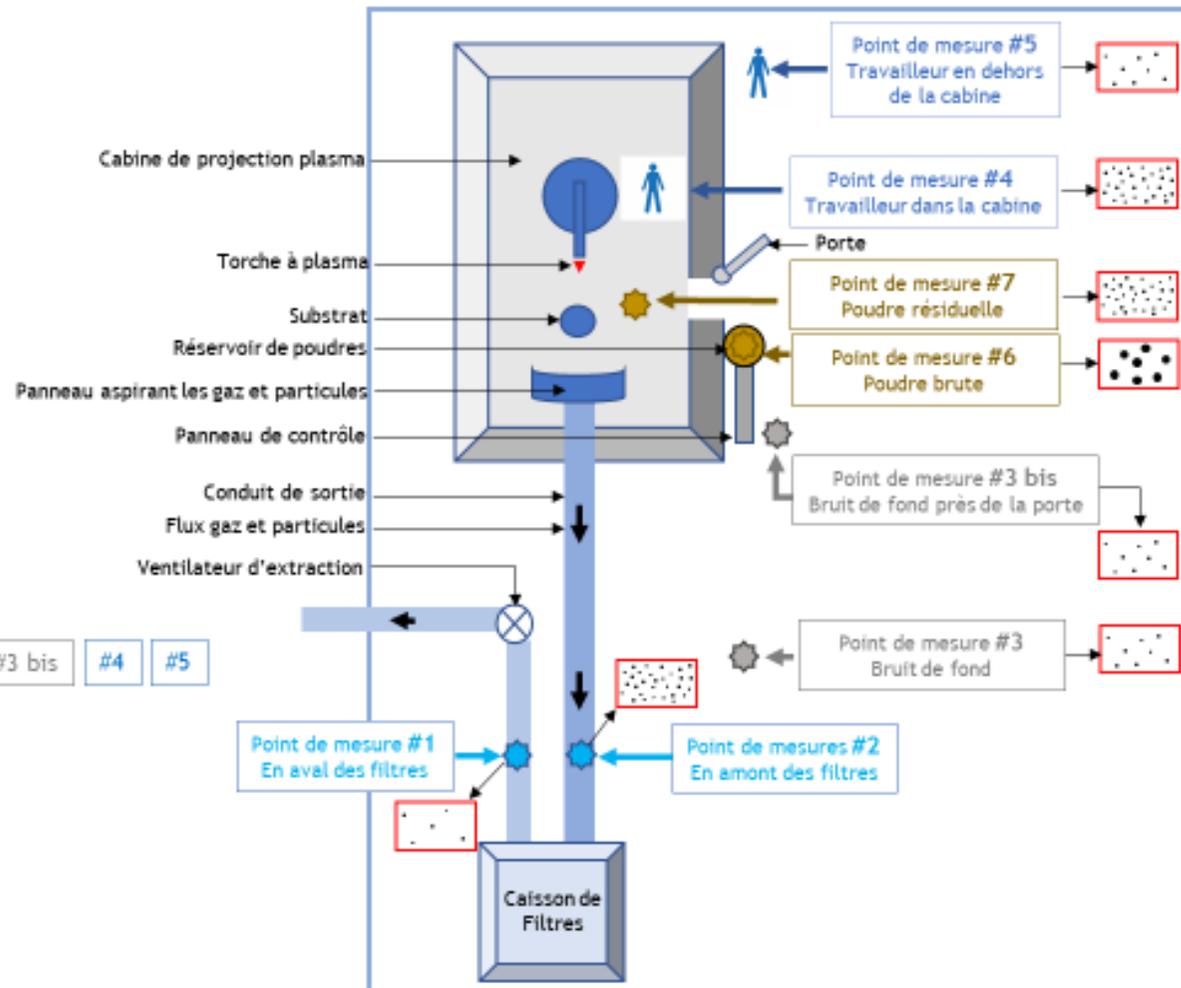


Figure 45 : Plan de l'installation du partenaire 4 avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.

6.1.2. Présentation des résultats

La présentation des résultats se regroupe selon quatre thèmes (voir Figure 45) :

- Les émissions canalisées et la filtration ;
- Les émissions diffuses ;
- L'exposition professionnelle non réglementaire ;
- La pulvérulence.

6.1.2.1. Les émissions canalisées et la filtration

6.1.2.1.1. Concentrations en nombre

La concentration en nombre de particules a été suivie en temps réel à la fois en amont (#2) et en aval (#1) du caisson de filtres alors que la torche plasma fonctionnait dans la cabine. Les Figure 46 et Figure 47 montrent l'évolution temporelle de la concentration en particules pour différentes distributions en tailles réalisées avec l'APS et le DMS 500. Ces graphiques mettent en évidence le caractère répétable de chaque cycle de production. En vertu de cette répétabilité, les mesures en amont et en aval n'ont pas été effectuées simultanément mais l'une après l'autre dans différents cycles.

Les Figure 46 et Figure 47 mettent en évidence la synchronisation de l'émission particulaire avec les cycles de production. Elles montrent que le procédé émet des particules. Cette émission s'avère beaucoup plus importante en amont qu'en aval ce qui est intuitif. En amont des filtres, la concentration en particules culmine à 10^8 cm^{-3} dans la gamme de tailles 5 nm – 1 μm . Dans la même gamme de tailles, la concentration en particules en aval des filtres reste assez élevée avec des valeurs s'échelonnant de 10^6 à 10^7 particules par cm^3 . Les concentrations en particules mesurées par l'APS (soit dans la gamme de taille 500 nm – 20 μm) sont moins élevées que celles mesurées avec le DMS 500. Des valeurs s'échelonnant de 100 à 1000 particules par cm^{-3} en amont et de 10 à 100 particules par cm^{-3} en aval ont pu être mesurées. Ces résultats montrent que la fraction 5 nm – 4 μm domine l'émission en nombre des particules.

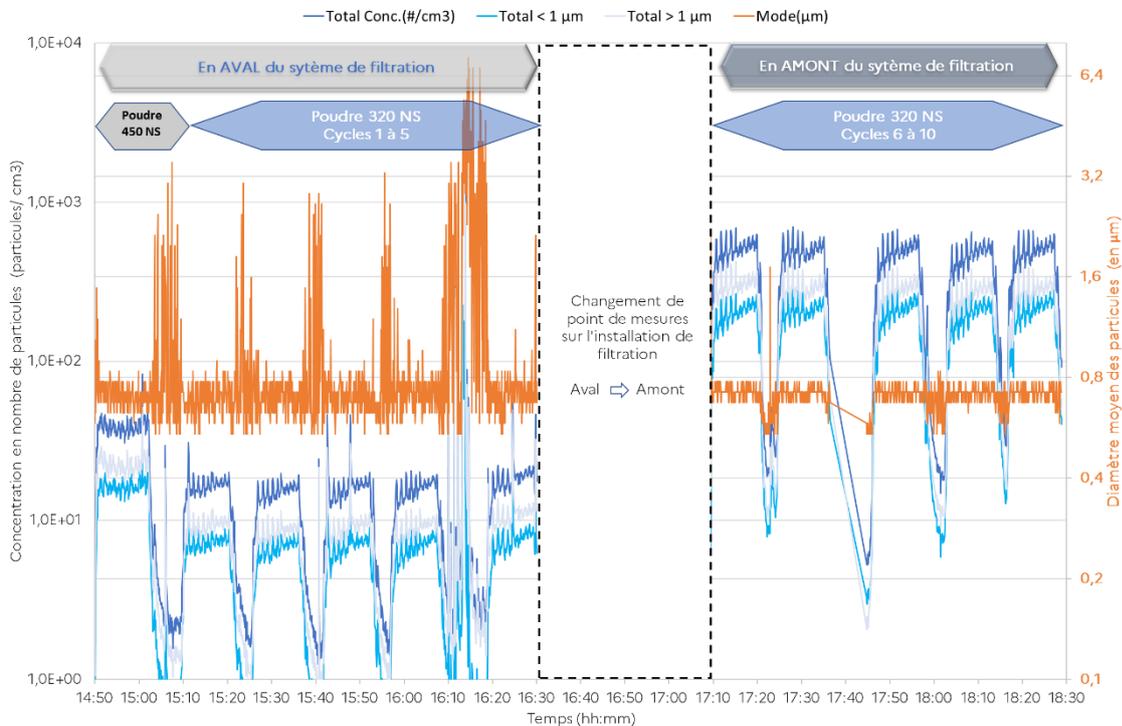


Figure 46 : Evolution temporelle en nombre obtenue par granulométrie APS dans une gamme de taille comprise entre 500 nm à 20 μm en amont et en aval du système de filtration de la cabine de projection thermique plasma

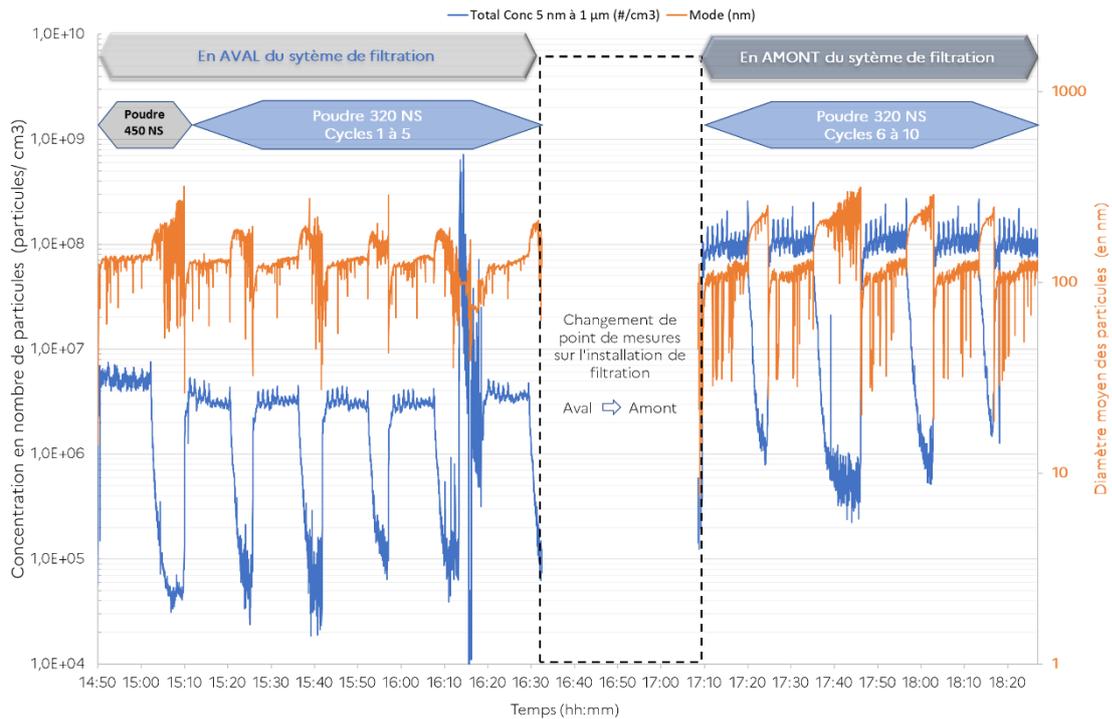


Figure 47 : Suivi temporel de la mesure en nombre de particules obtenu avec le DMS 500 dans une gamme de taille comprise entre 5 nm et 1 µm en amont et en aval du système de filtration de la cabine de projection thermique plasma

6.1.2.1.2. Granulométrie

Une granulométrie des particules enregistrée par l'APS est présentée en Figure 48. Elle est réalisée sur des moyennes de quatre cycles amont et quatre cycles aval.

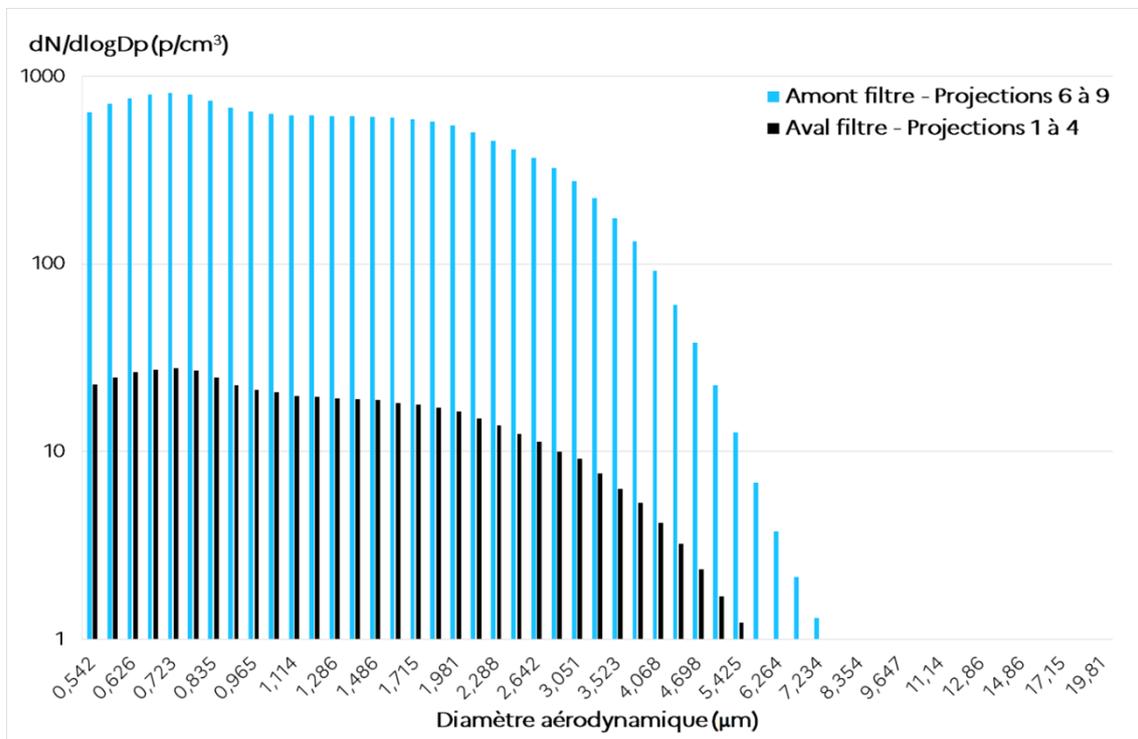


Figure 48 : Granulométrie APS – Distribution granulométrique moyenne de 4 cycles (amont / aval du système de filtration) en fonction du diamètre aérodynamique

Les distributions en tailles fournies par le DMS 500 mesurées en amont et en aval sont assez similaires (Figure 49). Le diamètre modal est situé à environ 120-140 nm.

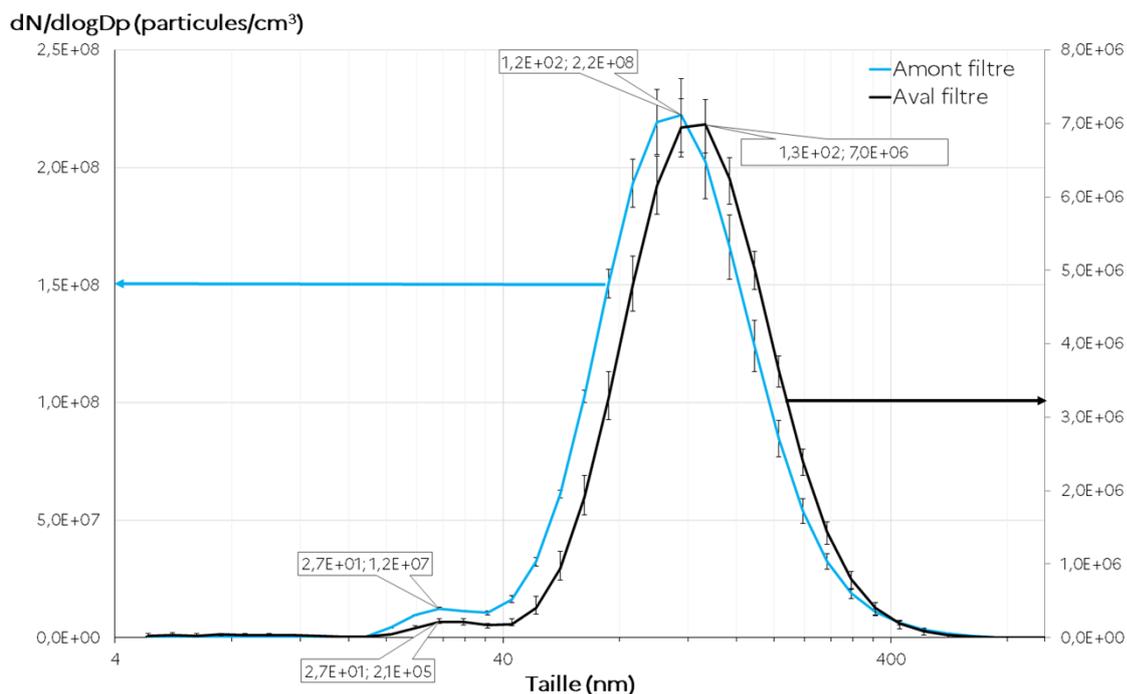


Figure 49 : Granulomètre DMS 500. – Répartition moyenne des particules avec écart type de répétabilité sur les 5 cycles amont et aval du système de filtration

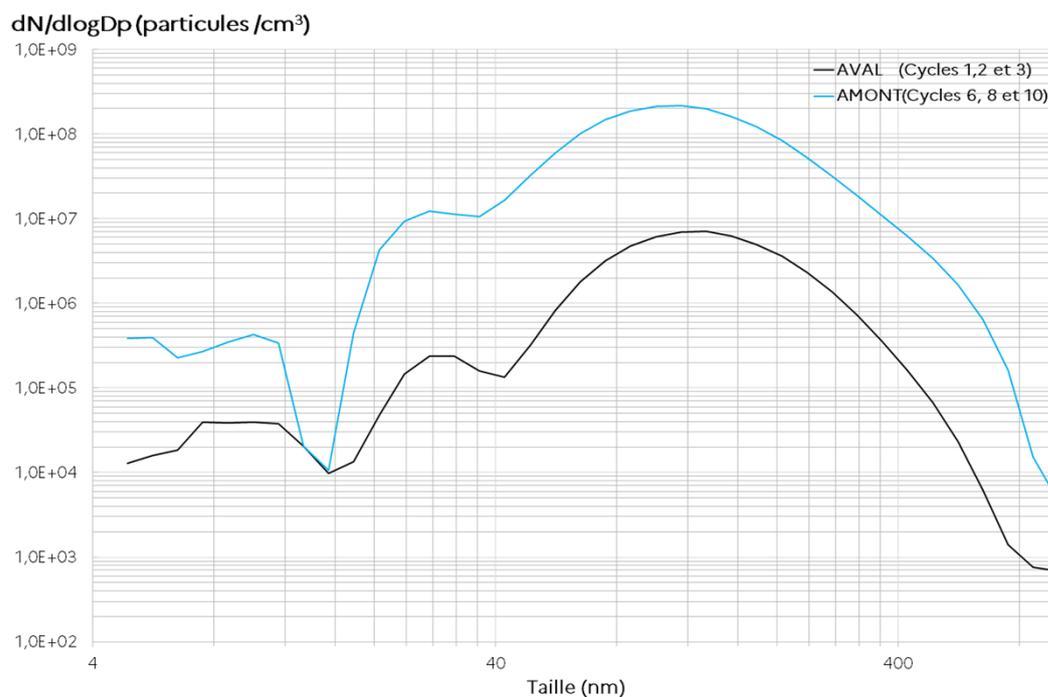


Figure 50 : Granulomètre DMS 500. – Répartition moyenne des particules sur les 3 cycles amont et aval du système de filtration

6.1.2.1.3. Microscopie électronique à transmission

Les particules émises ont également été analysées par microscopie électronique à transmission suite aux prélèvements MPS. Des prélèvements ont été réalisés lors de la projection des poudres 450 NS et 320 NS. L'analyse des grilles de microscopie révèle trois catégories de particules. Les observations faites en amont et en aval sont similaires excepté que le nombre de particules décroît après les filtres. La première catégorie correspond à des agrégats fait de particules sphériques avec des tailles de 5 à 10 nm. Ces agrégats sont constitués d'aluminium, de silicium et d'oxygène d'après les analyses EDX. Les deuxième et troisième catégories sont faites de particules de tailles micrométriques. Des objets sous forme de plaques et de billes peuvent être observés. Les plaques sont constituées de bore et d'azote avec des proportions relatives suggérant la présence de nitrure de bore. Les billes contiennent de l'aluminium, de l'oxygène et du silicium ce qui parait cohérent avec la composition initiale de la poudre. L'examen des grilles montre que la première catégorie de particules est dominante par rapport à la seconde et la troisième catégorie.

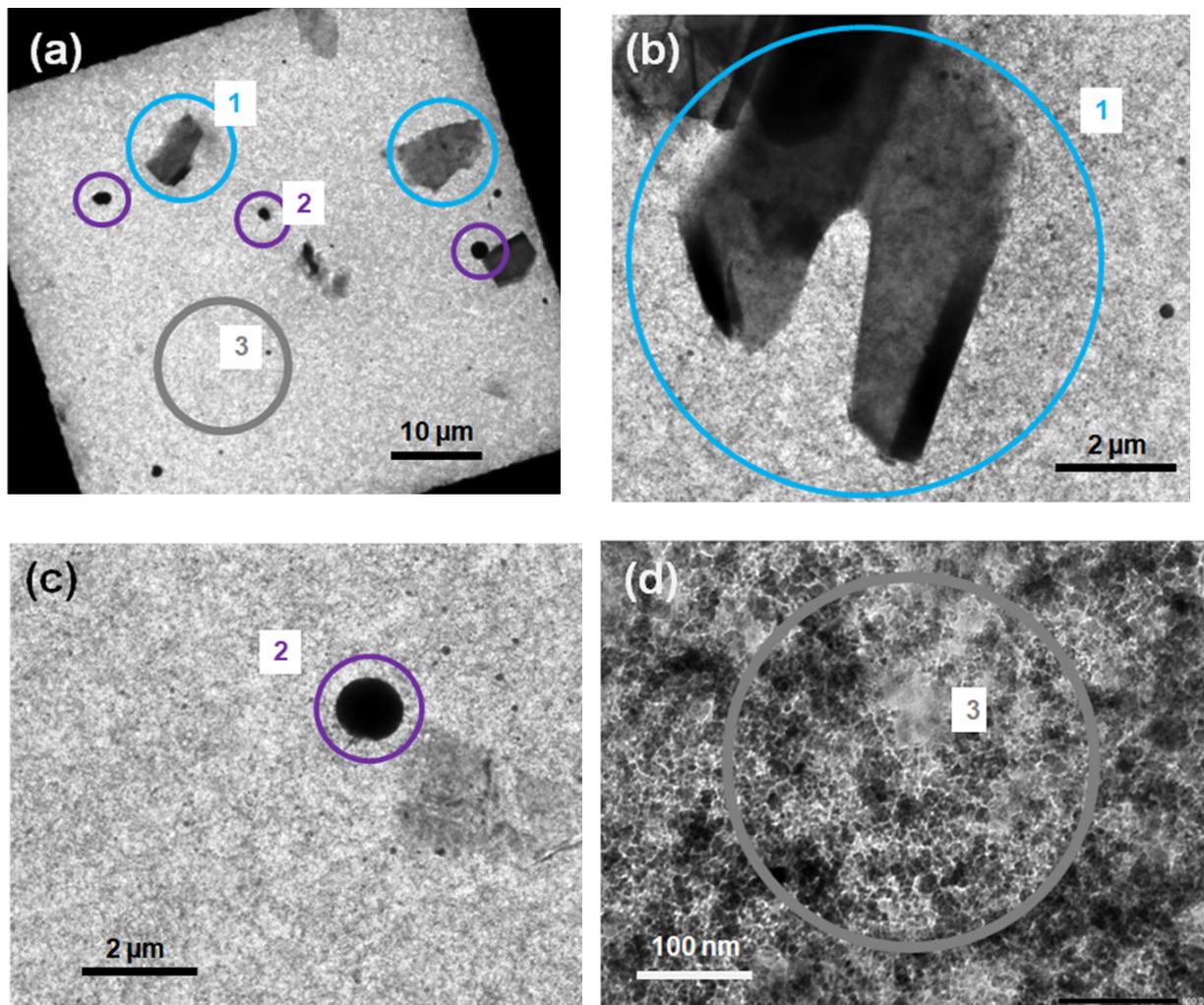


Figure 51 : (a) Ensemble des différentes particules vues sur les grilles. (b) 1 – plaquettes. (c) 2 – billes micrométriques. (d) 3 – fond nanométrique

6.1.2.1.4. L'efficacité de filtration

Pour les besoins de l'évaluation de l'efficacité de filtration, la masse totale de particules a été prélevée sur filtres en amont et en aval du caisson de filtres. Pour des raisons pratiques inhérentes aux contraintes des mesures sur site, les prélèvements sur filtres en amont et en aval n'ont pas été réalisés

dans le même cycle de projection mais dans deux cycles différents. Comme indiqué précédemment (6.1.2.1.1), cette pratique n'apparaît pas problématique étant donné la bonne répétabilité des cycles. Ainsi, l'efficacité de filtration a été évaluée en effectuant deux prélèvements amont pendant un premier cycle et deux prélèvements aval pendant un second cycle. Au total, quatre prélèvements (E1 à E4) ont donc été réalisés. Les résultats sont résumés dans le Tableau 8.

	E1 – Aval	E2 – Aval	E3 – Amont	E4 – Amont
Poussières TSP	Concentration en mg/m ³			
	2,9	2,3	55,7	49,6

Tableau 8 : Résultats des concentrations en poussières totales en suspension (TSP) en amont et aval du système de filtration

L'efficacité de filtration peut être calculée comme suit :

$$EF = \frac{\text{Concentration}_{\text{amont}} - \text{Concentration}_{\text{aval}}}{\text{Concentration}_{\text{amont}}} \times 100$$

Le calcul est effectué en faisant la moyenne sur deux concentrations en amont et en aval. Il montre que l'efficacité de filtration est supérieure à 90 %. Cette valeur semble satisfaisante cependant, la concentration en nombre de particules en aval des filtres dans la gamme de tailles 5nm – 1 µm n'est pas négligeable comme indiqué précédemment (6.1.2.1.1 Concentrations en nombre)

Une analyse élémentaire a été réalisée sur les filtres dans le but de déterminer les concentrations des différents éléments par analyse ICP-MS. Les résultats sont présentés dans le Tableau 9. L'aluminium s'avère être l'élément prépondérant ce qui est cohérent avec la composition initiale des poudres. Cette analyse montre également que la poudre recueillie dans les conduits d'évacuation contient aussi d'autres métaux en plus des quantités importantes d'aluminium.

Concentration en µg/m ³					
Métaux	Essai 1 Aval	Essai 2 Aval	Essai 3 Amont	Essai 4 Amont	Incertitude relative
Al	382	425	17911	17032	14 %
Ni	10	8	111	322	18 %
Zr	2	3	289	648	--
Cu	4	5	88	284	18 %
W	4	5	102	240	--
Fe	9	10	29	65	16 %
Cr	3	3	19	45	16 %
Zn	0	0	6	29	26 %
Ti	1	2	8	22	17 %

Tableau 9 : Résultats de la quantification des concentrations en métaux majeurs en amont et aval du système de filtration et incertitudes relatives

L'efficacité de filtration a également été évaluée en fonction de la distribution en tailles. Les résultats sont présentés sur les Figure 52 et Figure 53. Ces graphiques réalisés à partir du DMS 500 et de l'APS montrent que l'efficacité de filtration peut baisser jusqu'à 85 % pour des tailles inférieures à 10 nm dans la gamme nanométrique et jusqu'à 80 % pour des tailles inférieures 10 µm dans la gamme micrométrique.

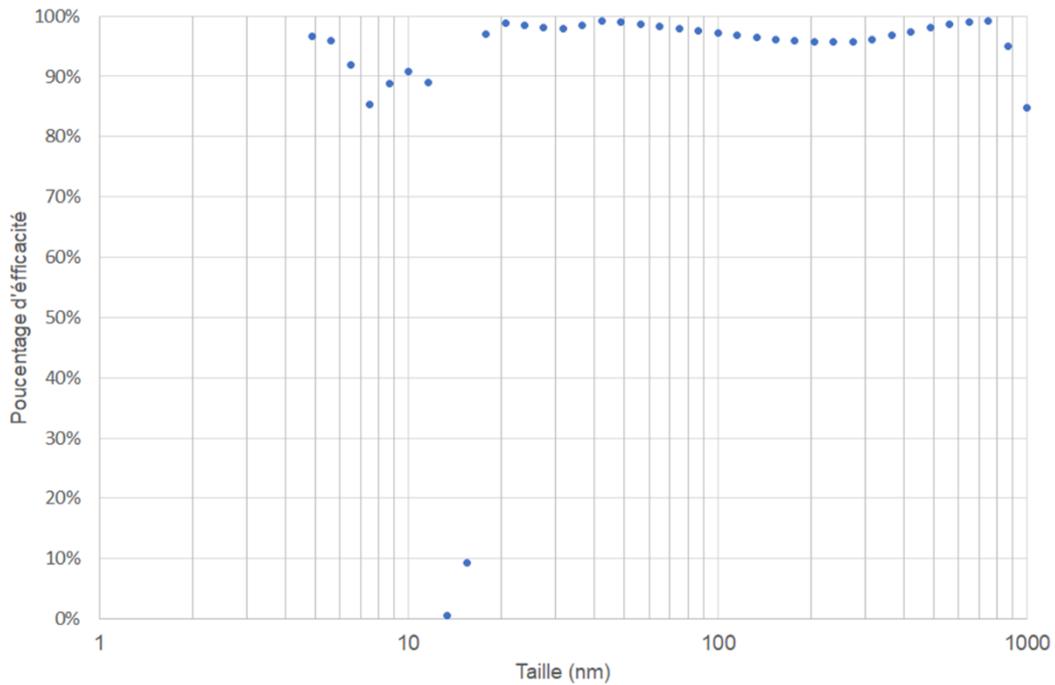


Figure 52 : Calcul de l'efficacité du système de filtration pour la gamme granulométrique 5 nm à 1 µm

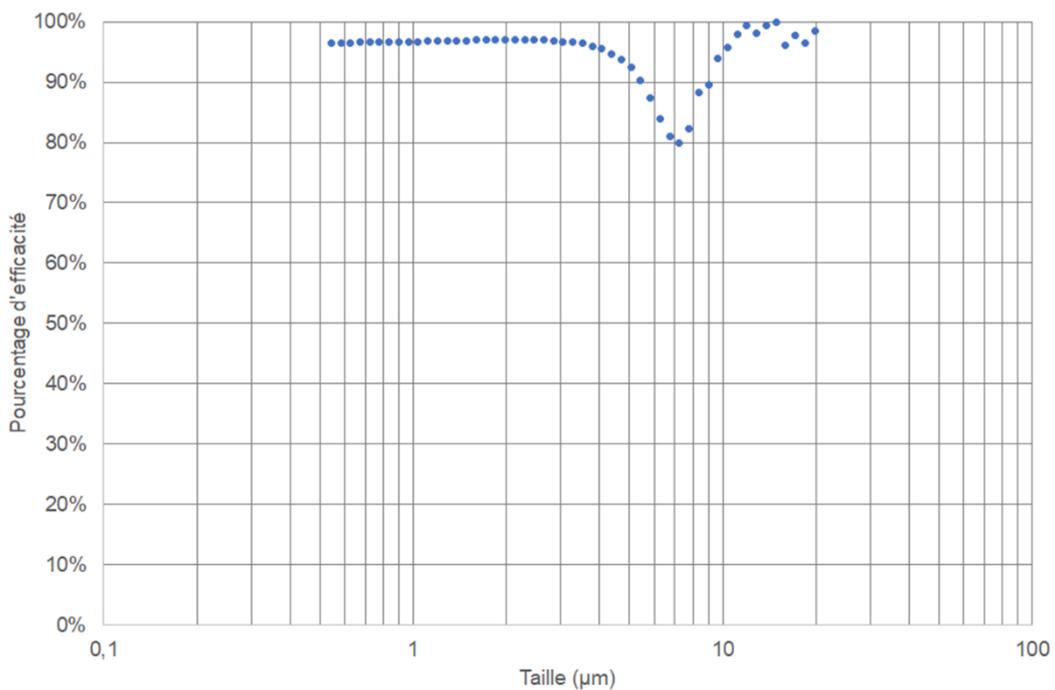


Figure 53 : Calcul de l'efficacité du système de filtration pour la gamme granulométrique de 0,5 à 20 µm

En ce qui concerne la concentration massique TSP, si nous considérons la concentration massique où l'Aluminium est prépondérant, la quantité de matière mesurée en aval est très faible comparée à celle mesurée en amont (Tableau 8). L'efficacité de filtration est d'environ de 95%.

En ce qui concerne l'efficacité de filtration en fonction de la taille, on retrouve également des écarts importants entre les mesures et amont et aval, qu'il s'agisse de l'APS (Figure 48) ou DMS 500 (Figure 50). Le calcul d'efficacité décrit ci-dessus a été mis en œuvre pour chacun des canaux du DMS 500 (Figure 52) et de l'APS (Figure 53). Pour les mesures réalisées avec l'APS, nous ne considérerons pas les données supérieures à 4/5 µm environ, pour des raisons de fiabilité de l'échantillonnage (pertes possibles dans le diviseur 4 voies).

A noter que pour la Figure 52, deux valeurs situées entre 10 et 20 nm n'ont pas été prise en compte (artefact de mesure). Pour le reste, nous observons une efficacité de filtration du dispositif en majorité supérieure à 90% voire supérieure à 95%.

6.1.2.2. Les émissions diffuses

Les fluctuations de la concentration de fond mesurées par DiscMini sont représentées sur la Figure 54. Les valeurs de fond fluctuent de manière importante, oscillant pour l'essentiel entre 5 000 et 10⁵ particules/cm³. Si l'on compare la mesure de fond avec les cycles de production (Figure 54), il semble que dans de nombreux cas, la concentration augmente durant la production (cf. flèches bleues).

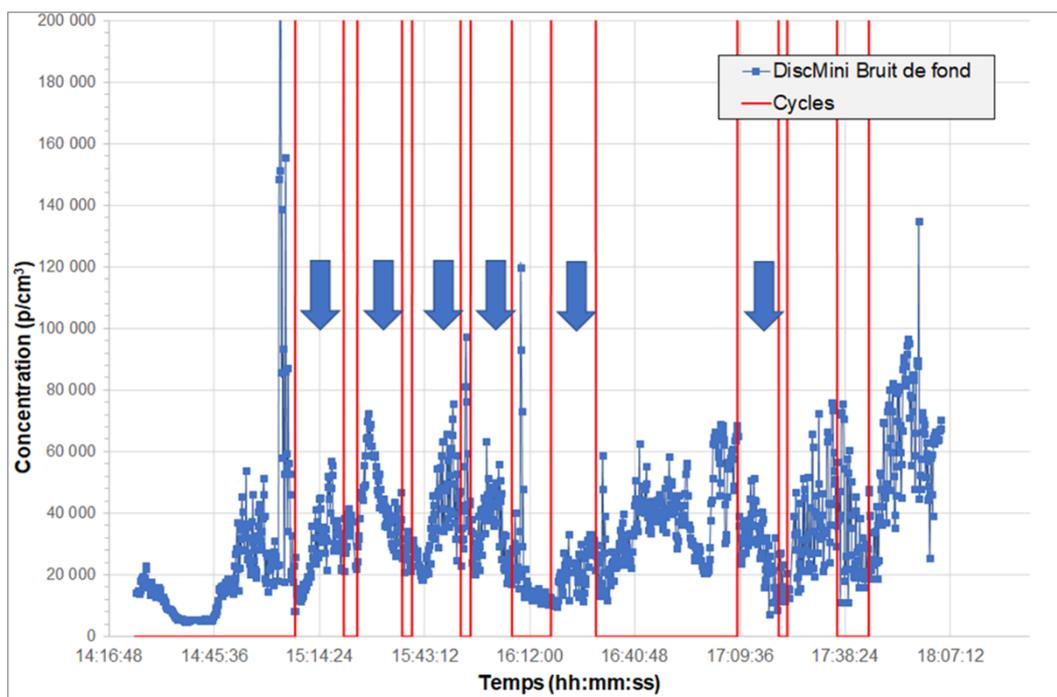


Figure 54 : Comparaison de la concentration de fond avec les cycles de production

Comme expliqué ci-dessus dans la présentation des points de mesures (section 6.1.1.4), les mesures ont été réalisées exactement à la fin d'une séquence de production.

La Figure 55 montre que ceci a un impact sur la concentration mesurée à proximité de la porte, avec notamment 3 pics très significatifs (flèches bleues sur le graphique). Les valeurs peuvent atteindre 2x10⁵ particules / cm³. On observe donc une augmentation de la concentration en nombre de particules lors des phases d'ouverture de la porte de la cabine. Nous serions donc en présence d'une émission diffuse.

La Figure 56 permet d'étudier le suivi temporel du bruit de fond de l'atelier mesuré avec le DiscMini en comparaison avec les mesures près de la porte. On relève que la mesure de fond (couleur bleue) se situe à une concentration inférieure ou comparable à celle mesurée près de la porte. Seule exception, les valeurs observées vers 16h50 qui sont légèrement supérieures, il est possible que cela soit la conséquence d'une coactivité.

6.1.2.3. L'exposition professionnelle non réglementaire

6.1.2.3.1. Suivi de l'exposition avec les compteurs de particules

Pendant les phases de projection, un opérateur est présent pour veiller au bon fonctionnement de la torche plasma. L'opérateur se tient principalement près de la porte de la cabine au niveau du panneau de contrôle (#5). L'opérateur doit également entrer dans la cabine (#4) entre deux cycles de projection pour vérifier la bonne marche des opérations. L'opérateur a été équipé d'un DiscMini pour le suivi en temps réel de l'évolution en nombre des particules et d'un préleveur MPS pour une analyse différée des

particules auxquelles il a été exposé au cours de ses différentes activités. Le préleveur MPS n'est utilisé que dans la cabine.

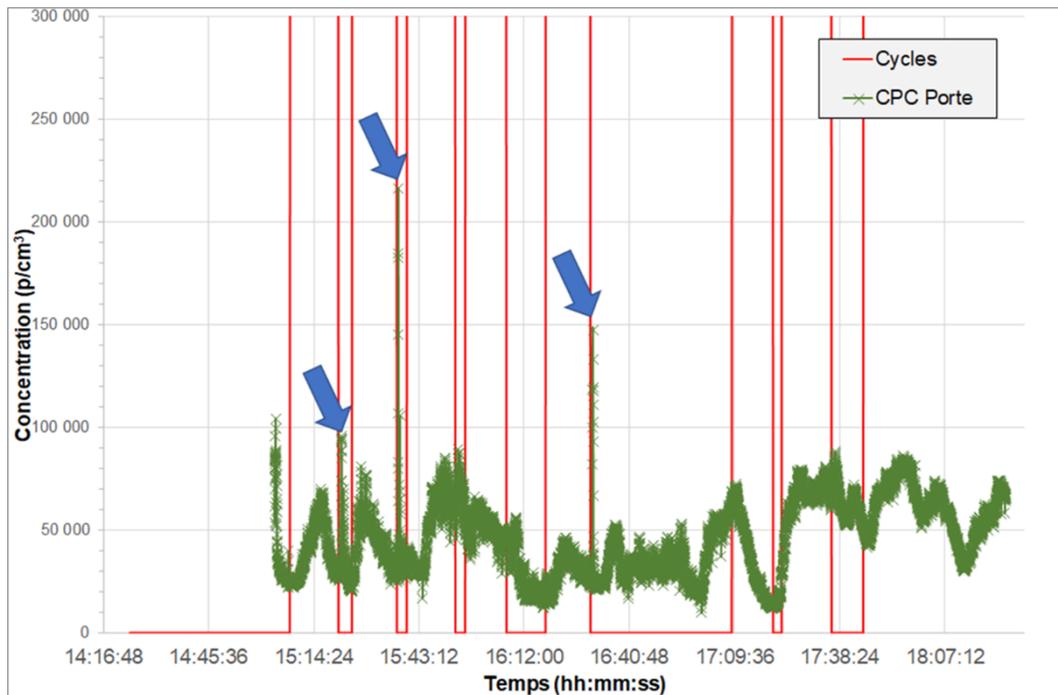


Figure 55. Suivi temporel de la concentration en nombre à proximité de la porte

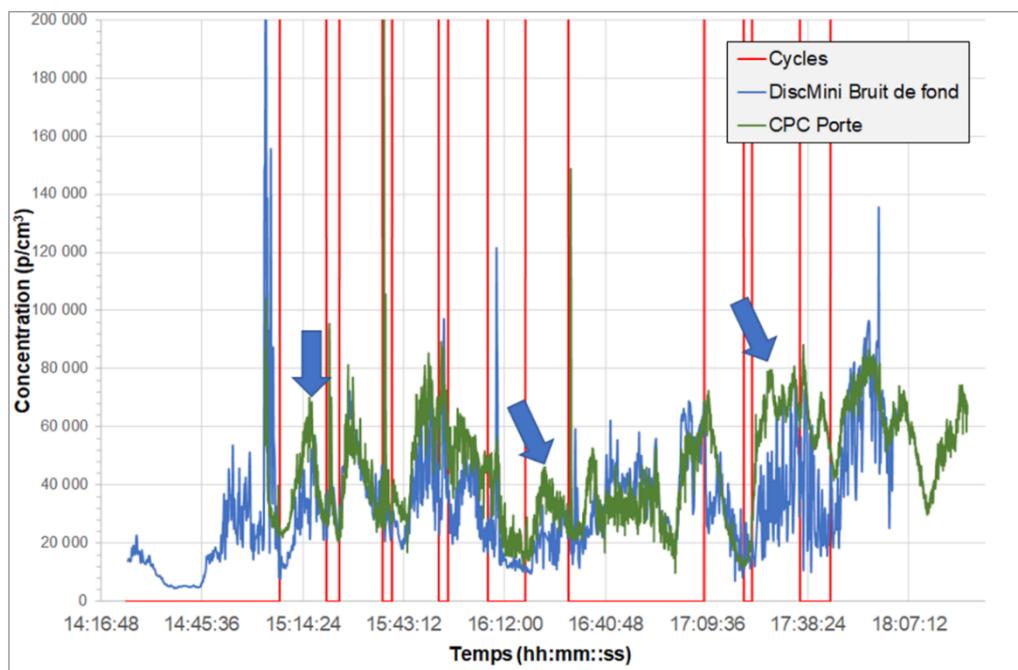


Figure 56 : Comparaison entre mesure de fond et mesure près de la porte de la cabine

Le suivi temporel en nombre de particules sur l'opérateur est présenté sur la Figure 57. Sur ce graphique, le cycle de production est représenté par un trait en créneau de couleur rouge ; le haut du créneau correspond à une séquence de production, le bas du créneau à un arrêt de la production. Comme le montre la Figure 57, la concentration mesurée sur opérateur semble globalement se situer au même niveau que le bruit de fond de manière ponctuelle. Des pics aigus de concentration situés très précisément à la fin de chaque séquence de production. Cette relation entre fin de cycle et mesure individuelle est rapportée de manière spécifique sur la Figure 57.

En d'autres termes, cela signifie que la concentration augmente de manière brutale lorsque l'opérateur entre dans la cabine de projection thermique, alors qu'un cycle de production vient tout juste de

s'achever. La valeur affichée par le compteur, de l'ordre de 3×10^6 particules / cm^3 n'est pas à prendre en tant que telle : elle signifie simplement que l'appareil de mesure arrive immédiatement à saturation, et que la concentration se situe au-dessus d'un million de particules par centimètres cube. La valeur exacte pouvant être atteinte pourrait être discutée sur la base de la mesure effectuée par ailleurs dans les effluents canalisés.

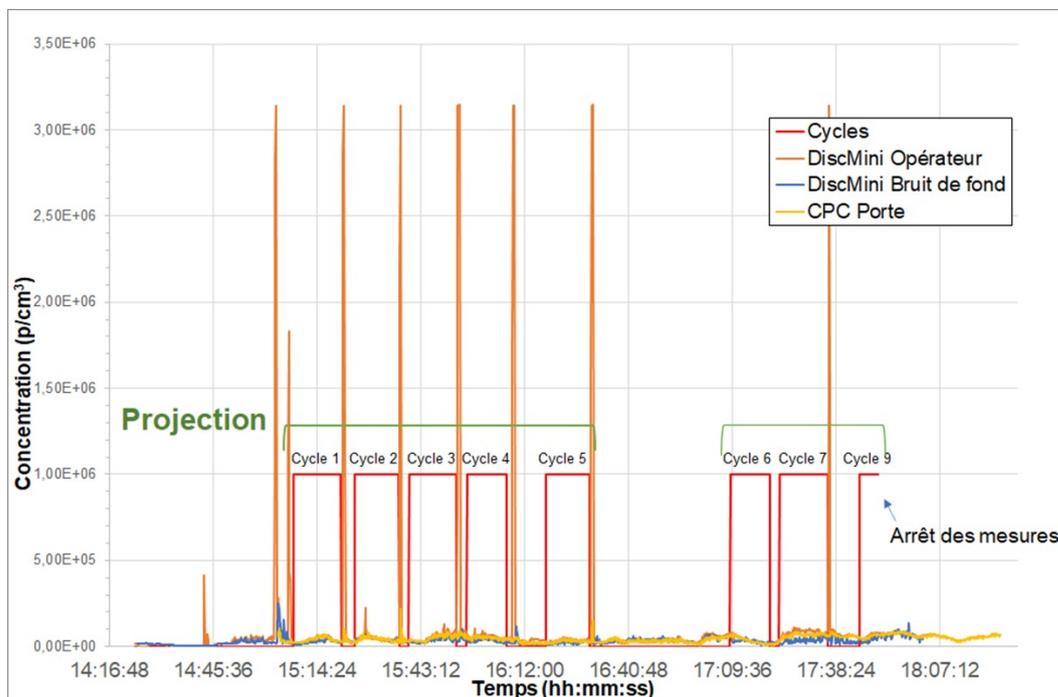


Figure 57 : Mesures sur l'opérateur – suivi temporel de la concentration des particules en nombre

6.1.2.3.2. Analyse de l'exposition avec la microscopie électronique à transmission

Comme indiqué précédemment, l'opérateur était également porteur d'un préleveur MPS lorsqu'il pénétrait dans la cabine. Une caractérisation des particules présentes a donc pu être réalisée à la suite des prélèvements sur grille de microscopie électronique à transmission. Les photographies des prélèvements effectués sont présentées sur la Figure 58.

Ces images montrent que les grilles sont très chargées avec plusieurs catégories de particules. Il y a un fond submicrométrique et nanométrique dense. Il y a aussi des particules micrométriques sous forme de plaquettes et de billes. L'analyse EDX révèle que les particules nanométriques sont composées essentiellement d'aluminium (34%), de silicium (4%) et d'oxygène (62%). Les objets micrométriques sont composés de nitrure de bore (pour les plaquettes) et d'aluminium, d'oxygène et de silicium pour les billes.

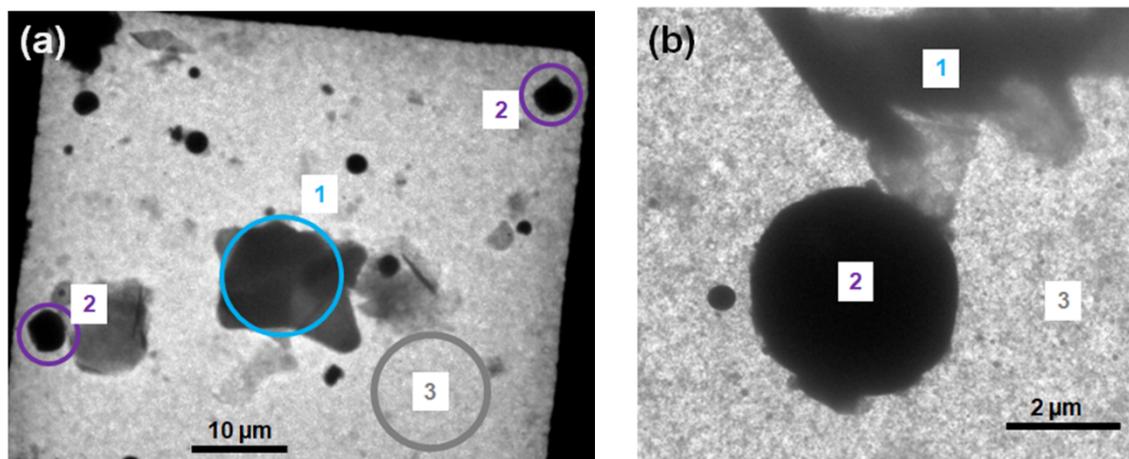


Figure 58 : Photographie des particules prélevées sur la grille de microscopie électronique à transmission de l'opérateur avec deux échelle (a) 10 μm et b (2 μm). En 1, des plaquettes sont observées. En 2, des billes apparaissent sur la grille. En 3, on peut observer un fond nanométrique important.

6.1.2.4. Mesure du pouvoir de resuspension

La mesure du pouvoir de resuspension de la poudre initiale 320 NS (Figure 45 : #6) a été estimée et comparée à celle de la poudre collectée dans la cabine (Figure 45 : #7). Les indices du pouvoir de resuspension en nombre des deux poudres ont été évalués dans la fraction thoracique (voir Figure 21).

Poudre 320 NS	Concentrations CPC sur 180 s ($\#/cm^3$)	Volume de poudre (cm^3)	Masse volumique (mg/cm^3)	Masse de poudre (mg)	Indice du pouvoir de resuspension en nombre (1/mg)
Poudre initiale	55	1	1700	1026	8
Poudre résiduelle	28784	1	2814	2664	1621

Tableau 10 : Test de pulvéulence en fraction thoracique sur la poudre 320 NS initiale et résiduelle

Il faut noter qu'un seul essai a été réalisé pour la poudre résiduelle. Les résultats trouvés mettent en évidence que la pulvéulence de la poudre résiduelle est environ 200 fois plus élevée que celle de la poudre initiale. Ceci montre bien la transformation de la poudre initiale en une poudre plus fine et plus pulvéulente.

Synthèse des résultats de la projection thermique à plasma sous air à la pression atmosphérique dans le cadre du projet CaRPE (campagne 1 – partenaire 4)

Emissions canalisées

En amont du procédé de filtration, les concentrations en nombre de particules dans la gamme de taille :

- 5 nm < dp < 1 µm sont de 2x10⁸ particules/cm³
- 500 nm < dp < 20 µm sont comprises entre 10² et 10³ particules/cm³

En aval du procédé de filtration, les concentrations en nombre de particules dans la gamme de taille :

- 5 nm < dp < 1 µm sont comprises entre 10⁶ et 10⁷ particules/cm³
- 500 nm < dp < 20 µm sont comprises entre 10 et 10² particules/cm³

Les concentrations en nombre de particules en amont et en aval du procédé de filtration sont donc dominées par des particules nanostructurées.

Composition chimique élémentaire, l'Aluminium est prépondérant (voir Tableau 9).

Filtration

Efficacité de filtration : 90 % en poussières totales en suspension

Mais le suivi de la concentration en nombre de particules en fonction du temps indique un nombre élevé de particules nanostructurées (Cf: émissions canalisées). L'efficacité de filtration évaluée en fonction de la distribution en tailles montrent que l'efficacité de filtration peut baisser jusqu'à 85 % pour des tailles inférieures à 10 nm et jusqu'à 80 % pour des tailles inférieures 10 µm dans la gamme micrométrique.

Enfin une forte augmentation du colmatage du procédé de filtration a été observée à la suite des phases de projection.

Emissions diffuses

Les mesures lors de la projection n'indiquent pas d'émissions diffuses hors de la cabine fermée.

En revanche, des émissions diffuses ont été constatées à proximité de la cabine lors de l'ouverture de la porte. Des concentrations en nombre sont de l'ordre de 10⁵ particules / cm³ alors que la valeur ambiante est plutôt de l'ordre de 10³ particules / cm³.

De plus, les opérations de maintenance et de nettoyage observées suggèrent de possibles émissions diffuses (cf changement de filtre, de fût contenant les poussières, nettoyage manuel « balai, jet d'air » de la cabine ainsi que le déversement manuel des poussières collectés dans un big-bag ouvert présent dans les locaux de travail et le transport ouvert de celui-ci vers le local des déchets).

Exposition professionnelle non réglementaire

Une exposition importante de l'opérateur (environ 3x10⁶ particules / cm³ dans la gamme de taille 10 nm à 700 nm) a été mesurée lors de son entrée immédiate dans la cabine à la suite d'une projection.

La présence de particules nanostructurées et submicrométrique dans la cabine est donc avérée comme le montrent les analyses de l'exposition avec la microscopie électronique à transmission (voir Cf: 6.1.2.3.2).

De plus, les opérations de maintenance et de nettoyage observées suggèrent de possibles expositions professionnelles (cf : émissions diffuses).

Il conviendrait donc respecter un temps d'attente du renouvellement d'air optimal avant d'entrer dans la cabine, avec le port de protections respiratoires adéquates. L'utilisation d'équipements de nettoyage non adaptés (balais, jet d'air...) est à proscrire. Enfin, la collecte des poussières issues de la projection nécessite d'être réalisée avec des équipements permettant de réduire l'exposition professionnelle et les émissions diffuses.

Pulvéulence

Les résultats trouvés mettent en évidence que la pulvéulence de la poudre résiduelle est environ 200 fois plus élevée que celle de la poudre initiale. A la suite de la projection, la poudre initiale est donc transformée en une poudre plus fine et plus pulvéulente.

Tableau 11 : Synthèse de la campagne 4 – partenaire 4 – Projection thermique à plasma sous air à pression atmosphérique

6.2. Campagne 2 - Partenaire 2 – Projection thermique à plasma

6.2.1. Présentation de l'installation et des points de mesure

6.2.1.1. Présentation de l'installation

L'installation où les mesures sont effectuées est présentée sur la Figure 59. Tout comme pour l'installation du partenaire 4, une cabine de projection plasma sous air à pression atmosphérique (APS) est localisée dans un atelier proche d'une halle. Un opérateur est en charge de la cabine. A l'intérieur de celle-ci, il y a une torche plasma dirigée vers la pièce à traiter. Au regard de la torche, il y a un dispositif de captage des gaz et des particules. Le flux de particules captées par le panneau est acheminé vers un caisson de filtration avant d'être rejeté en cheminée. La différence avec le dispositif du partenaire 4, c'est qu'il y a deux conduits d'évacuation au lieu d'un seul. Un panneau de contrôle est placé à l'extérieur de la cabine et permet de contrôler la torche plasma. Le réservoir des poudres injectées dans la torche est également situé à l'extérieur. Les caractéristiques des poudres sont présentées dans le Tableau 12.

Poudres utilisées	Granulométrie	Composition	Débit d'injection	Rendement estimé
480 NS (Sous-couche)	45 µm	Nickel Aluminium	60 g / min	50 à 60%

Tableau 12 : Poudres utilisées pour la projection thermique lors de la campagne 2 partenaire 2

6.2.1.2. Présentation des points de mesure #1, #2 et #2 bis

Le dispositif mis en place pour réaliser les mesures dans cette campagne est très similaire à celui utilisé chez le partenaire 4. La différence avec le partenaire 1 est qu'il y a deux conduits d'évacuation en amont du caisson de filtres (#2 et #2 bis) au lieu d'un seul. Une buse de prélèvement est installée dans chacun des conduits #1, #2 et #2 bis pour y réaliser des mesures. Dans chaque cas, la buse de prélèvement est reliée à un diviseur de débit connecté à tous les instruments. Comme précédemment, le prélèvement est réalisé dans les conditions les plus proches possibles de l'isocinétisme. Tout comme dans la campagne précédente, le prélèvement de particules dans un conduit est une opération délicate. Le prélèvement a cependant été réalisé de telle sorte que la vitesse de l'effluent soit celle en entrée du diviseur de débit pour respecter l'isocinétisme le mieux possible. La détermination des concentrations a été réalisée en restant au plus proche des contraintes normatives tout en s'adaptant à l'installation du partenaire 2. Le schéma de principe du dispositif est présenté sur la Figure 44 : Dispositif mis en place pour l'analyse dans les conduits d'évacuation.

6.2.1.3. Présentation des points de mesure #3 et #3 bis

Comme dans le cas de la campagne du partenaire 4, un compteur de particules (TSI 3007) a été utilisé près de la porte de la cabine pour détecter toute émission diffuse. Un Disc Mini a été disposé plus loin de la porte pour mesurer le bruit de fond en particules. Pour mémoire, ces deux instruments permettent de suivre l'évolution temporelle de la concentration en nombre.

6.2.1.4. Présentation des points de mesure #4 et #5

L'opérateur est équipé d'un DiscMini pour suivre la concentration en particules en temps réel en dehors de la cabine et lorsqu'il pénètre dans celle-ci. Dans la cabine, l'opérateur est également équipé d'un préleveur MPS pour une analyse ultérieure de la morphologie des particules et leur composition chimique élémentaire.

Thèmes

Emission canalisée et filtration

#1 #2 #2 bis

Exposition non réglementaire

#4 #5

Emission diffuse

#3 #3 bis

Concentrations en particules



Mesures, instruments et point de mesure correspondant

(1) Efficacité de filtration
Gravimétrie des poussières totales(TSP)

#1 #2

(2) Concentration en nombre en temps réel
APS, DMS 500, CPC3007, COP et Disc Mini

#1 #2 #2 bis
#3 #3 bis #4 #5

(3) Granulométrie
APS et DMS 500

#1 #2

(4) Microscopie électronique
Mini Particle Sampler (MPS) et JEOL 1400

#1 #2 #4

(5) Concentration en masse totale
Mesure par gravimétrie

#1 #2

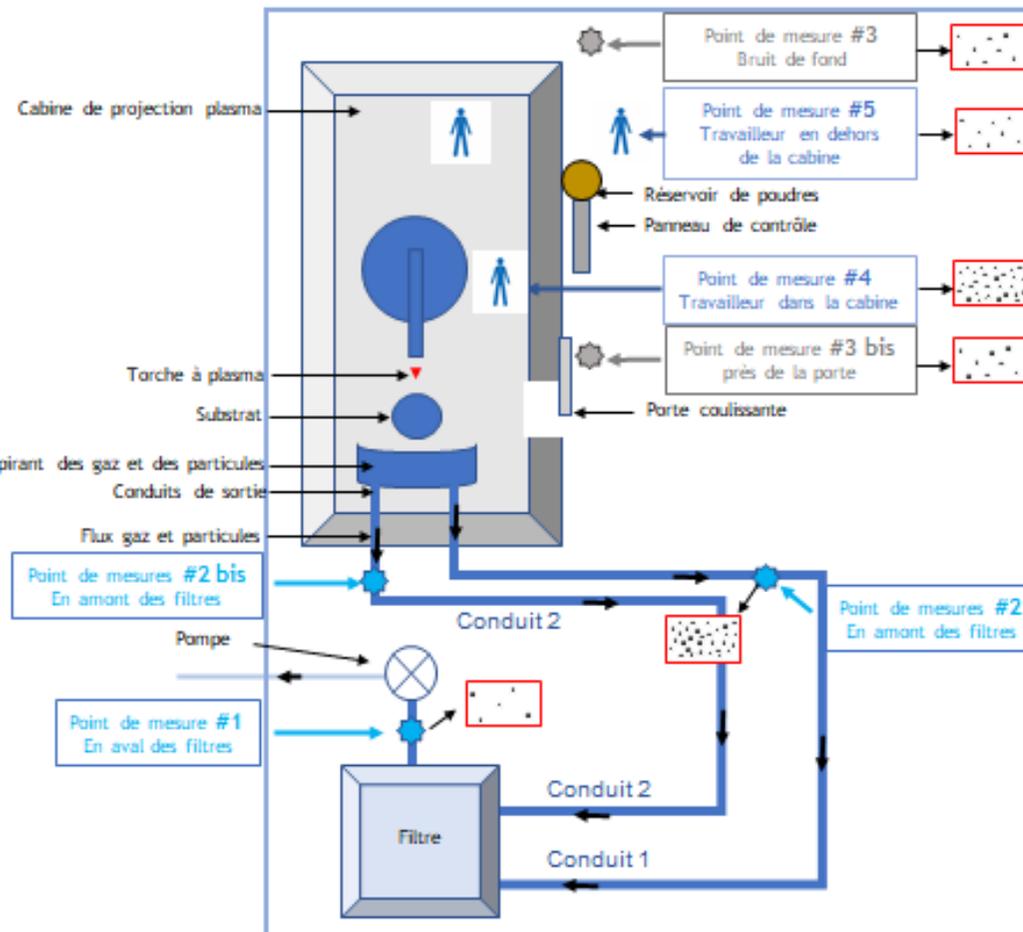


Figure 59 : Plan de l'installation de projection thermique PT1 du partenaire 2 avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.

6.2.2. Présentation des résultats

La présentation des résultats se regroupe selon trois thèmes (voir Figure 59) :

- Les émissions canalisées et la filtration ;
- Les émissions diffuses ;
- L'exposition professionnelle non réglementaire.

6.2.2.1. Les émissions canalisées et la filtration

6.2.2.1.1. Concentrations en nombre

Les évolutions temporelles en concentrations en nombre ont été examinées en utilisant l'APS et le DMS 500 pour couvrir plusieurs gammes de tailles.

L'évolution temporelle de la concentration en nombre a été examinée par le granulomètre APS en aval puis en amont du système de filtres sur les deux conduits d'évacuation. Il est à noter que l'échelle temporelle diffère pour les conduits 1 et 2 en amont car un seul APS était à disposition. Il a donc fallu mesurer sur un premier conduit puis sur le second. Les mesures ont été réalisées exactement dans la même configuration avec les mêmes paramètres expérimentaux pour la torche plasma.

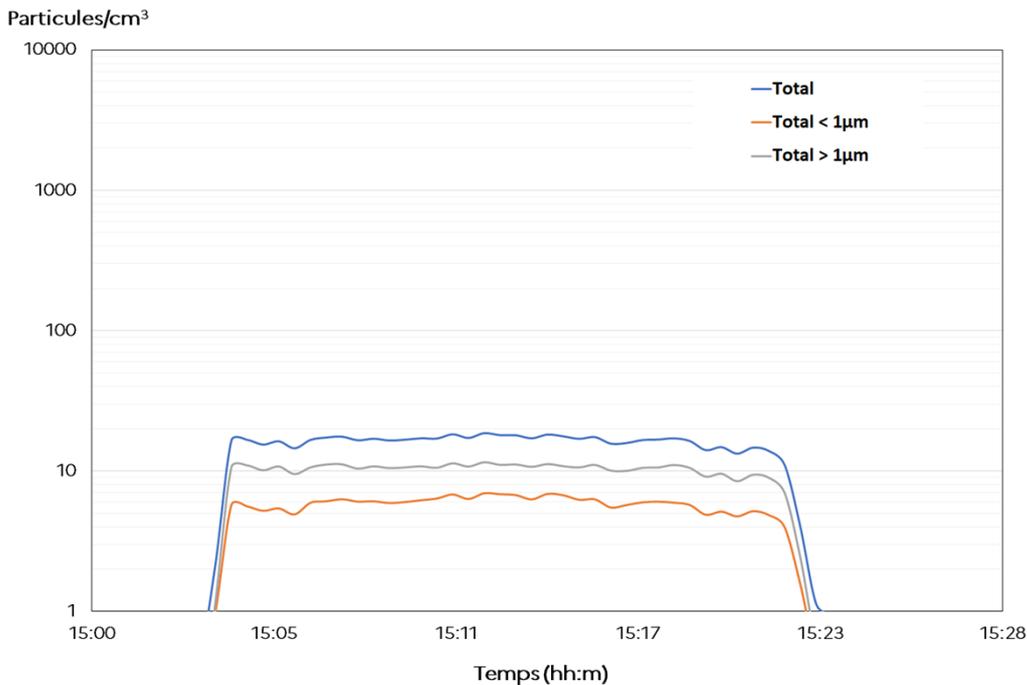


Figure 60 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules mesurée par l'APS sur la gamme de tailles 0.5 – 20 µm en aval du système de filtration de la cabine de projection plasma lors de son fonctionnement

L'évolution temporelle montre le début et la fin d'un cycle de projection plasma. Le début du cycle est marqué par une augmentation significative de la concentration en particules dans les conduits avant et après le filtre (Figure 60, Figure 61, Figure 62). Juste après le panneau de captage des gaz et des particules situées dans la cabine, le nombre total de particules dans une gamme de tailles s'échelonnant de 0,5 à 20 µm est d'environ 100 à 1000 particules par cm³. La concentration totale en aval est d'environ 20 particules par cm³. Par comparaison, la concentration moyenne dans l'air urbain mesurée avec le même type d'instrument est d'environ 10 à 20 particules / cm³. Dans le conduit 1, la concentration en nombre est de 600 particules / cm³ alors qu'elle n'est que de 340 particules/ cm³ dans le conduit 2. Cet écart semble être dû à des différences de pertes de charge dans les deux tuyaux conduisant à un nombre de particules différents.

En effet, la géométrie du conduit 2 est plus complexe (non visible sur le schéma de principe de la Figure 59) que celle du conduit 1. Dans les deux conduits, la concentration totale est dominée par des particules de tailles supérieures à 1 µm.

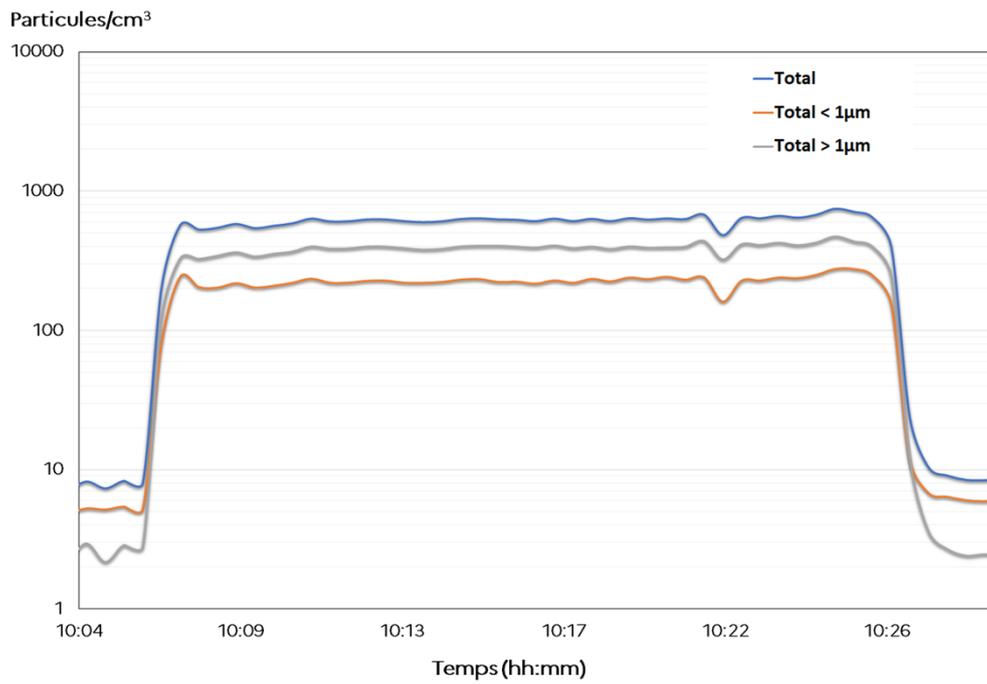


Figure 61 : Evolution temporelle de la concentration en nombre mesurée par APS en amont du système de filtration dans le conduit un au cours d'une projection plasma

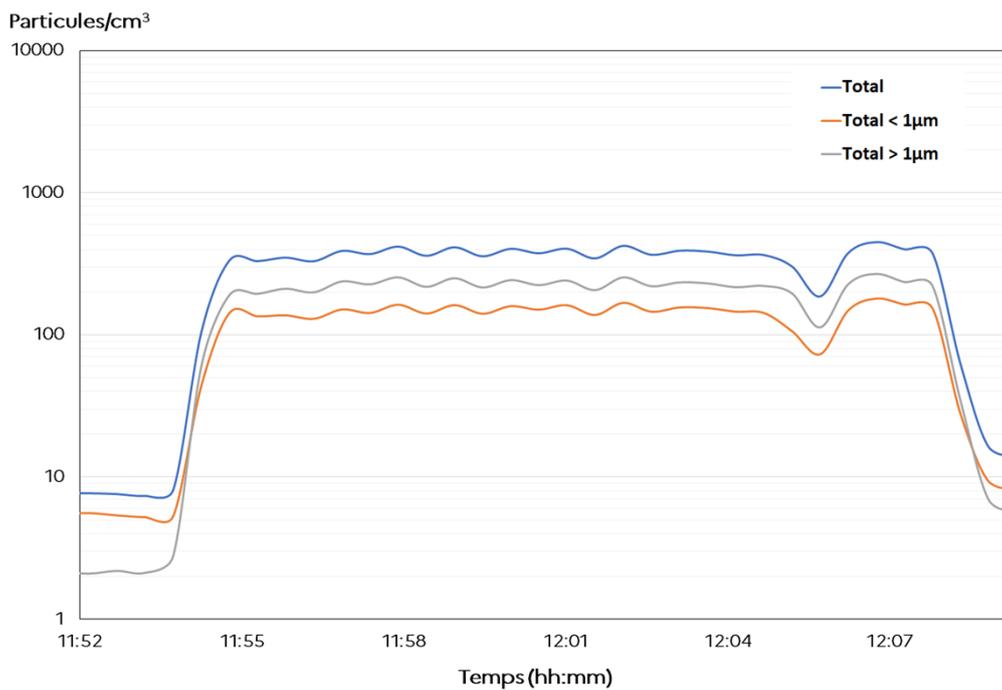


Figure 62 : Evolution temporelle de la concentration en nombre mesurée par APS en amont du système de filtration dans le conduit deux au cours d'une projection plasma

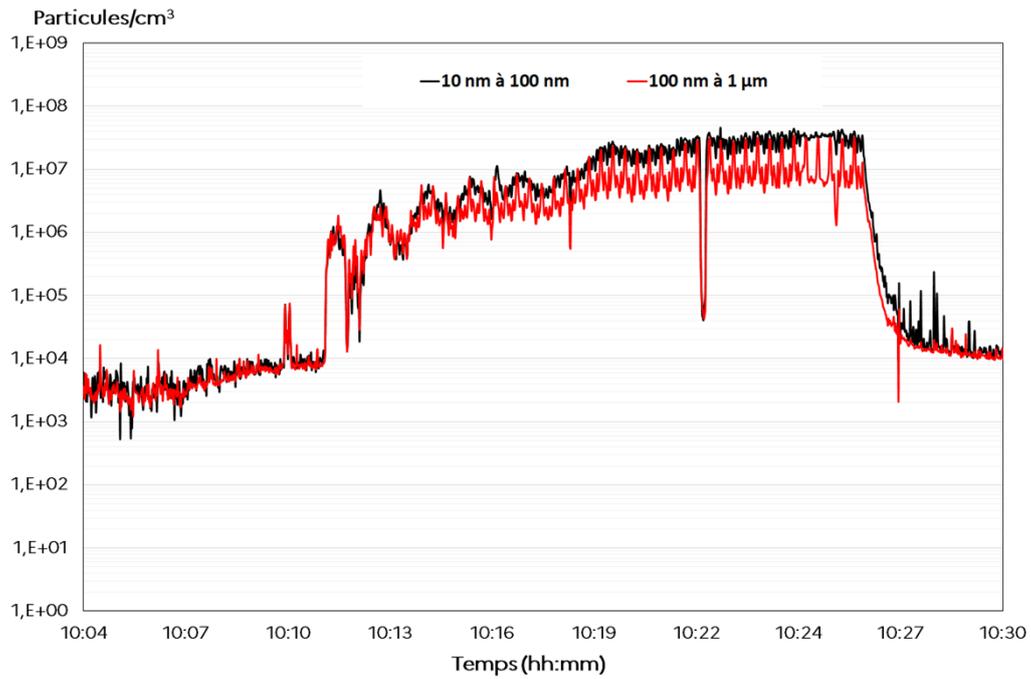


Figure 63 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 µm en amont du système de filtration dans le conduit 1.

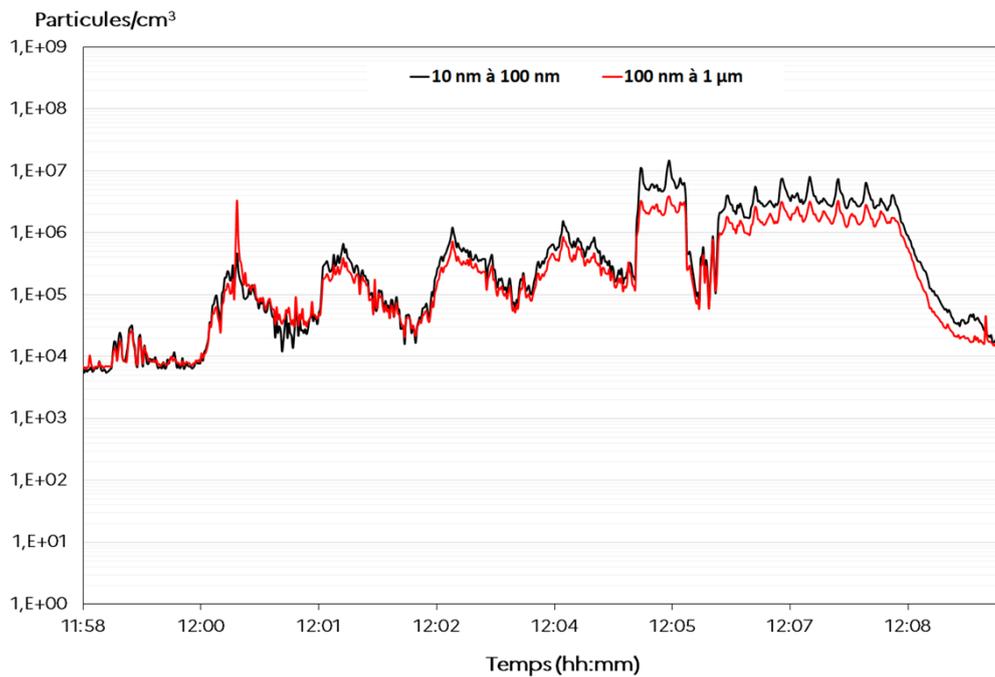


Figure 64 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 µm en amont du système de filtration dans le conduit 2.

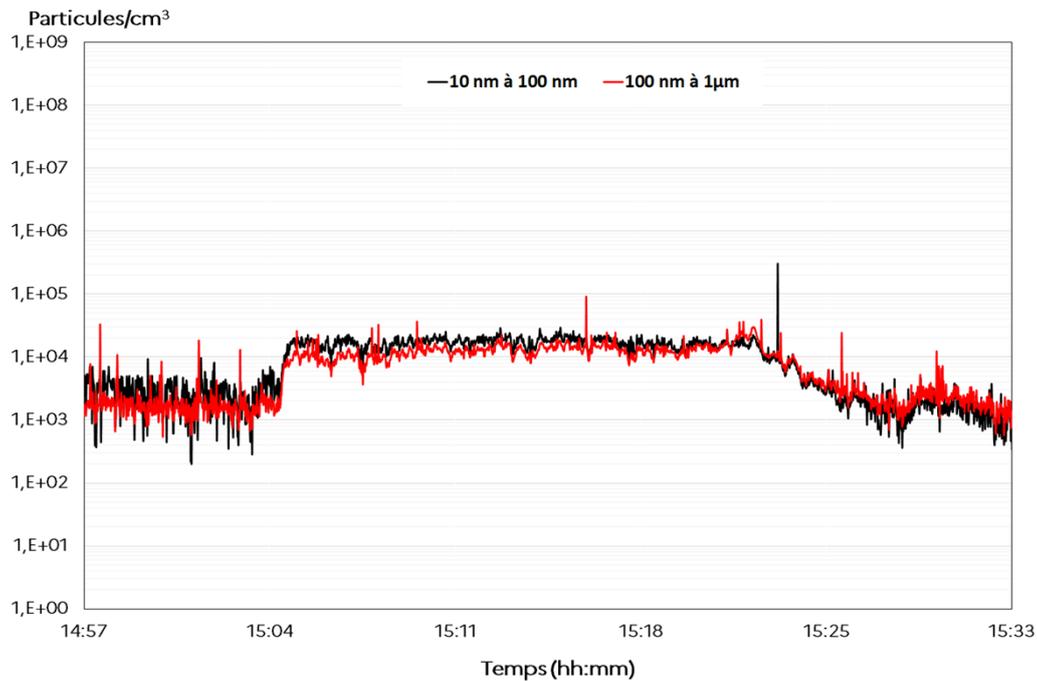


Figure 65 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 µm en aval du système de filtration.

L'évolution temporelle de la concentration en particules dans la gamme 5 nm – 1 µm en amont du système de filtration obtenue avec l'instrument DMS 500 est présentée sur les Figure 63 et Figure 64. Cette concentration en nombre est très élevée et atteint 10^6 de particules / cm^3 . En aval (Figure 65) du système de filtration, ce nombre est moindre avec une valeur de 10^4 particules / cm^3 . Dans le conduit 1, on remarque que la concentration croit rapidement dès que l'injection de poudres est effectuée. Dans cette gamme de taille également, la concentration dans le conduit 1 est plus importante que dans le conduit 2 tout comme pour les mesures réalisées avec l'APS. Sur la Figure 64, on observe une évolution irrégulière de la concentration en particules, cette évolution ne correspondant pas aux cycles de projection plasma. Pour un cycle de projection qui correspond à la torche positionnée en face du substrat puis au-dessus du panneau d'aspiration, l'évolution du nombre de particules fines entre 10 et 100 nm est faible. En revanche, dans la gamme 0,1 à 1 µm un pic est observé chaque fois que le jet de particules dépasse le substrat (toutes les particules produites se trouvant alors aspirées par le panneau d'aspiration) avec des valeurs s'échelonnant de $3,6 \times 10^6$ jusqu'à 2×10^7 particules par cm^3 . En conséquence, certaines particules sont incorporées dans la couche et une fraction se retrouve dans la cabine.

6.2.2.1.2. Granulométrie

Les distributions en tailles dans les différentes configurations ont également été examinées grâce aux instruments APS et DMS 500. Les distributions en tailles obtenues avec l'APS sont présentées sur la Figure 66. La distribution met en évidence qu'il y a environ deux fois plus de particules dans le conduit 1 que dans le conduit 2. Il y a une baisse significative de concentration due au système de filtration.

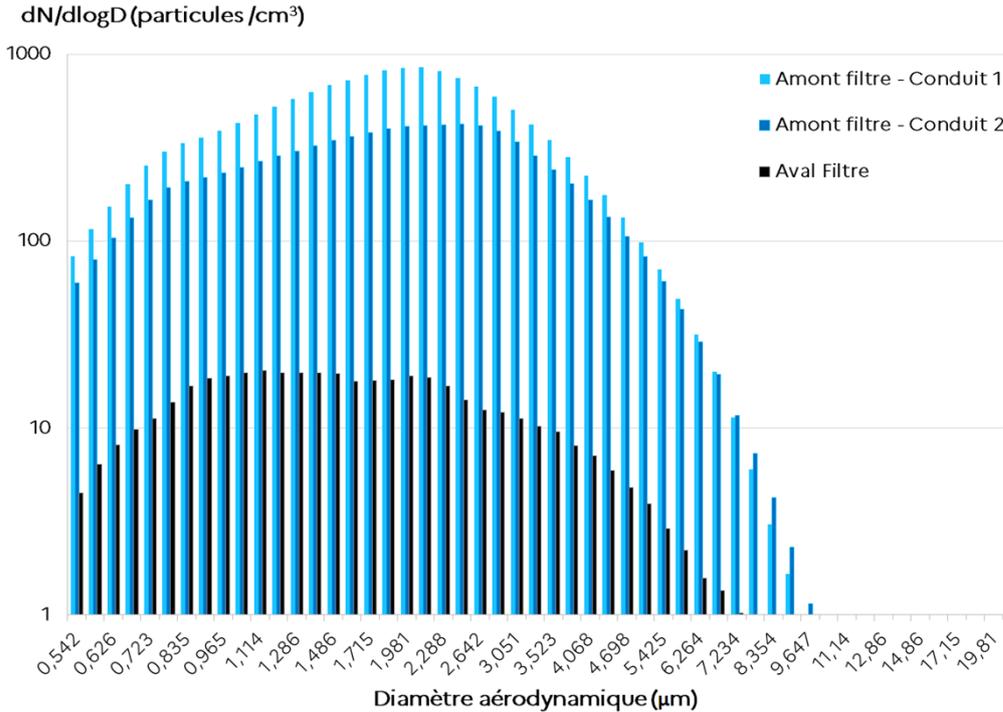


Figure 66 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en amont et en aval du système de filtration de la cabine

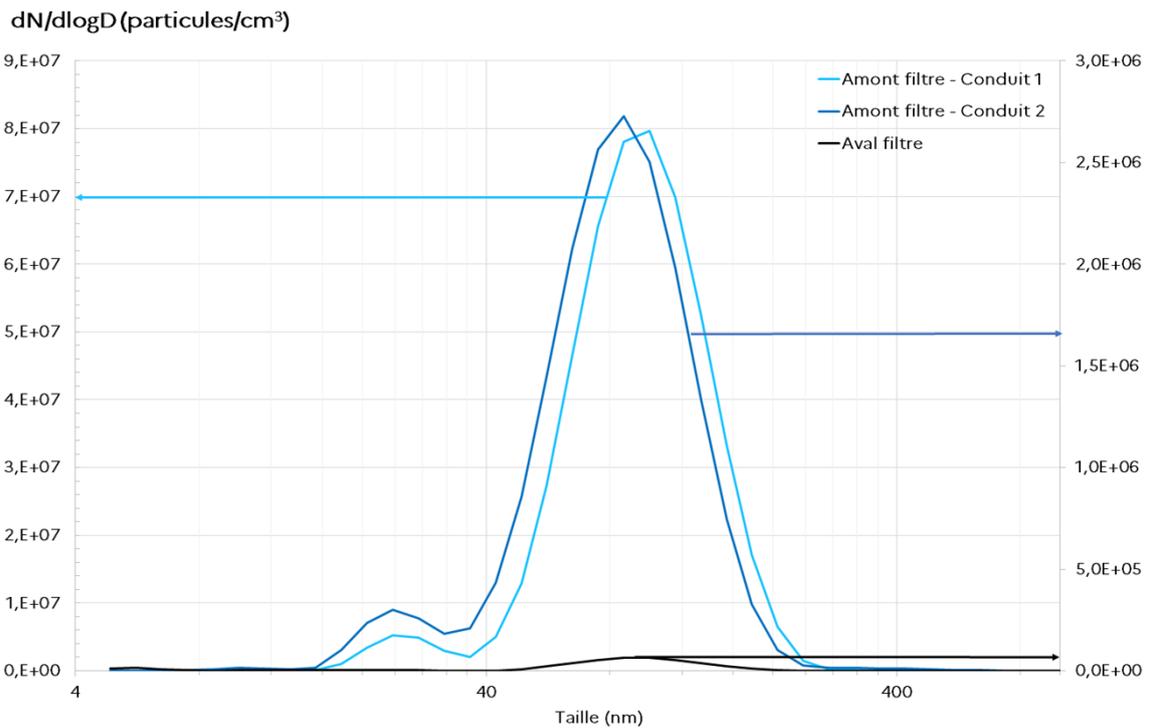


Figure 67 : Distribution en taille donnée par le DMS 500 (0.5- 1 μm) en amont et en aval du système de filtration de la cabine

Les distributions en tailles mesurées par le DMS 500 sont présentées sur la Figure 67. Pour les mesures dans les conduits 1 et 2, une distribution bimodale est observée. Dans le conduit 1, le nombre de particules par cm^3 en dessous de $1 \mu\text{m}$ est d'environ 80×10^6 particules / cm^3 (à environ 100 nm) à comparer aux $2,7 \times 10^6$ particules / cm^3 présents dans le conduit 2. La différence d'efficacité d'aspiration entre les deux conduits a un effet significatif sur la captation des plus petites particules. En aval du système de filtration, le nombre de particules est bien moindre avec une concentration d'environ 6×10^4 particules / cm^3 (à 100 nm). A une petite différence près, le diamètre modal de chaque distribution est du même ordre de grandeur.

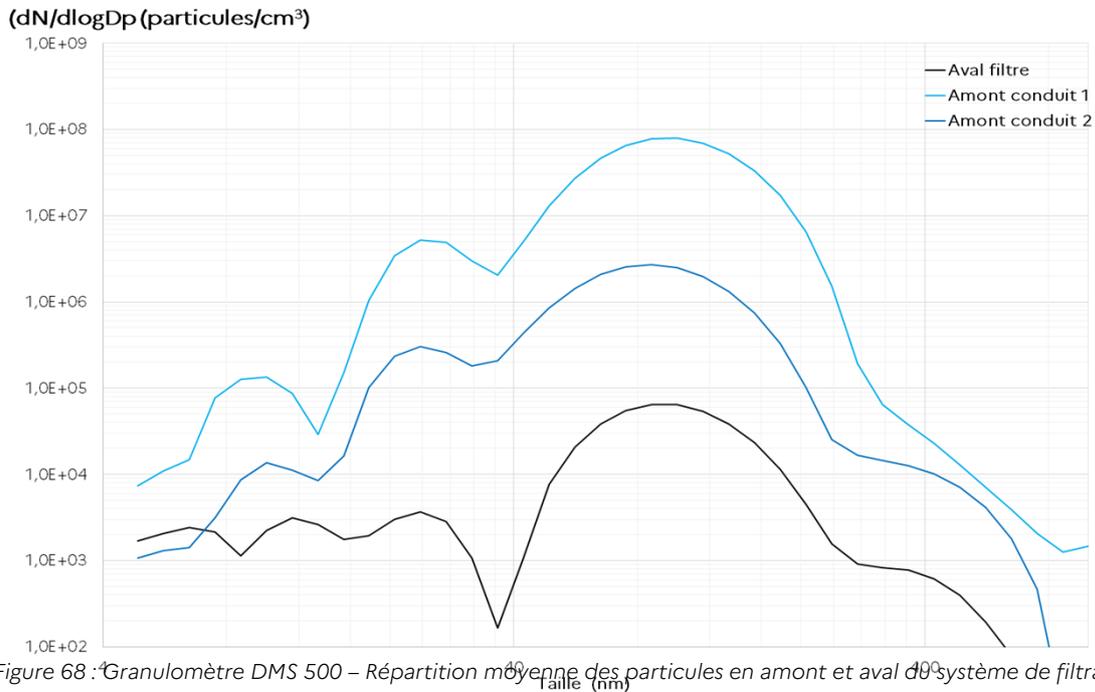


Figure 68 : Granulomètre DMS 500 – Répartition moyenne des particules en amont et aval du système de filtration

6.2.2.1.3. Microscopie électronique à transmission

Des prélèvements MPS ont été réalisés sur les conduits 1 (point de prélèvement #2), 2 (point de prélèvement #2 bis) et le conduit de sortie (#1). Des images des prélèvements MPS sur le conduit 1 sont présentées sur la Figure 69.

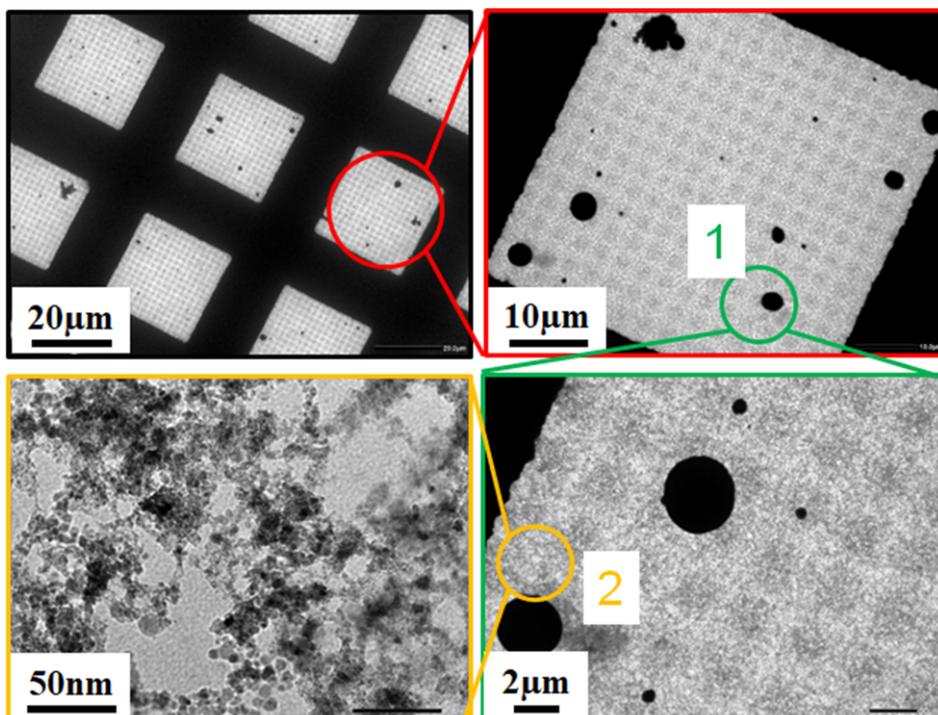


Figure 69 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en amont du système de filtration. Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules

Deux catégories de particules sont majoritairement observées lors de ces prélèvements. Tout d'abord, il y a des particules micrométriques sphériques. L'analyse EDX de ces particules révèle une composition de 85 % de nickel, 9% d'oxygène et 4 % d'aluminium. Il est à noter que ces pourcentages sont relatifs à la masse d'éléments présents dans les particules. Les particules micrométriques correspondent à des particules qui ont pénétrés le plasma sans être transformées. La seconde catégorie de particules est constituée d'agrégats de particules primaires nanométriques de taille d'environ 5-20 nm. La composition chimique élémentaire donne 47% de nickel, 40% d'oxygène et 2 % d'aluminium. L'analyse des grilles révèle que les agrégats de nanoparticules sont largement plus nombreux que les particules micrométriques. Les nanoparticules dominent les grilles de prélèvement. Ces particules sont visibles sur les grilles pour la raison suivante. En principe, la majorité des particules est déposée sur la pièce sur laquelle la projection plasma a lieu. Lorsque la torche plasma dépasse la pièce, toutes les particules sont collectées dans les conduits et celles-ci peuvent être observées en nombre comme sur la Figure 69.

Des prélèvements ont également été réalisés dans le conduit 2. Les images correspondantes sont présentées sur la Figure 70. Les catégories de particules sont identiques à celles collectées dans le conduit 1. En comparaison du conduit 1, il y a moins de particules. En effet, à temps de prélèvement égal, il y a moins de particules dans le conduit 2 que dans le conduit 1. Les compositions chimiques élémentaires des particules collectées sont quasiment identiques à celles du conduit 1. Les tailles des agrégats de nanoparticules sont environ de 600 nm et les particules primaires des diamètres de 10 nm environ.

Enfin, des prélèvements ont également été effectués en aval du système de filtration. Les images des particules collectées sont présentées sur la Figure 71. Les familles de particules observées, leur compositions chimiques élémentaires sont identiques à celles rapportées précédemment.

A temps de prélèvement MPS égal, il y a beaucoup moins de particules sur la grille. Les particules micrométriques sont très peu nombreuses, preuve que les filtres les arrêtent efficacement. Cependant, le système de filtration laisse passer une proportion non négligeable d'agrégats de nanoparticules.

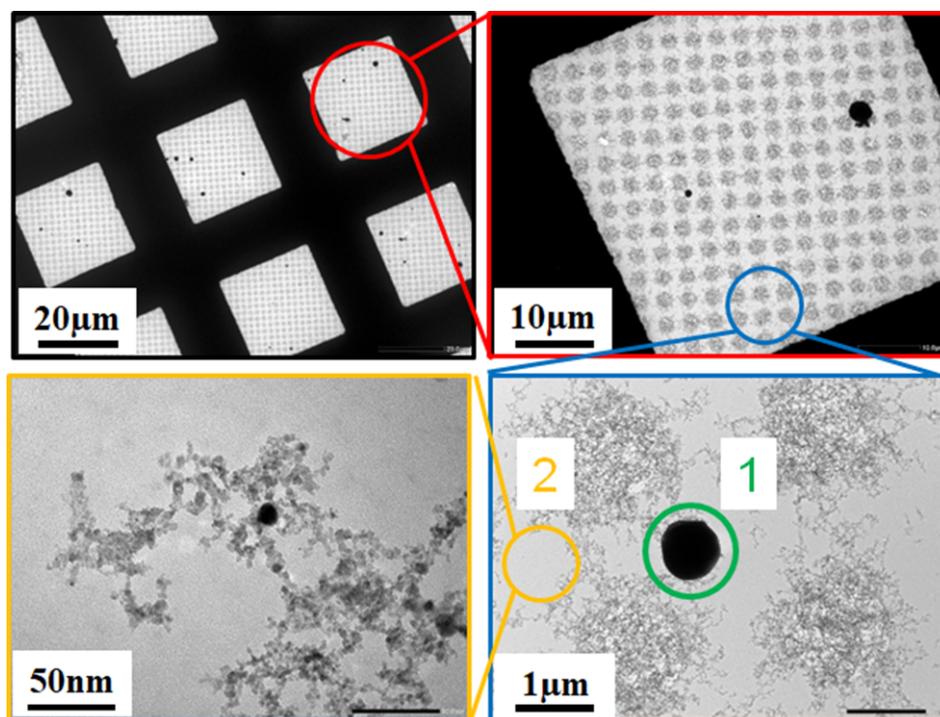


Figure 70 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 2 en amont du système de filtration. Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules

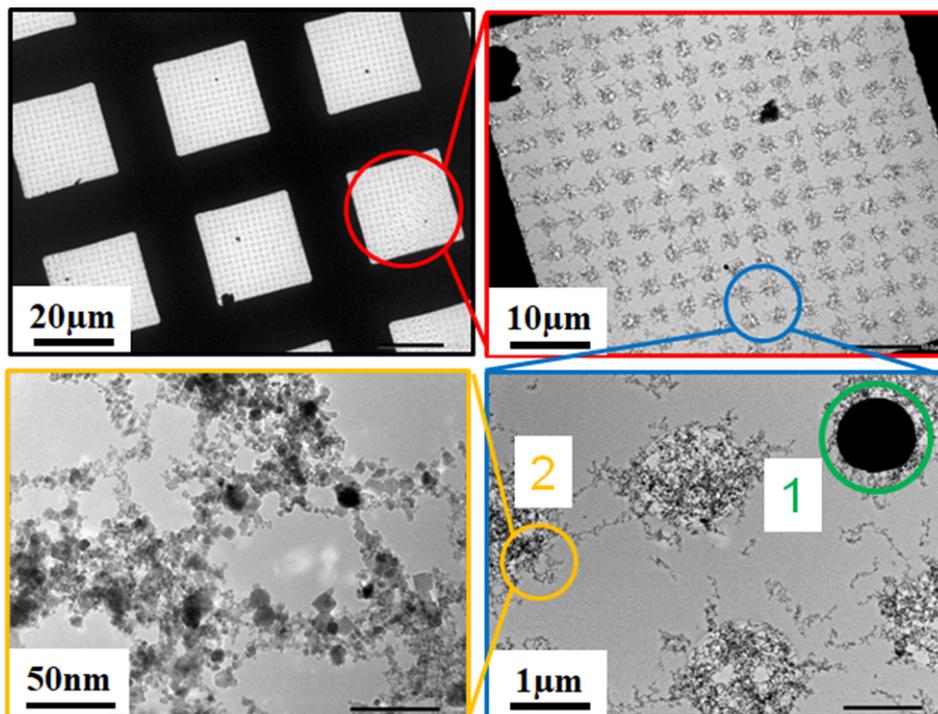


Figure 71 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées en aval du système de filtration. Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules

6.2.2.1.4. L'efficacité de filtration

Pour les besoins de l'évaluation de l'efficacité de filtration, la masse totale de particules a été mesurée en amont et en aval du caisson de filtres. Les masses totales ont été obtenues par prélèvement sur filtres. Pour des raisons pratiques inhérentes aux contraintes des mesures sur site, les prélèvements sur filtres amont et aval ont été réalisés de façon distincte mais dans des conditions identiques de projection. Ainsi, l'efficacité de filtration a été évaluée en effectuant deux prélèvements en amont pendant un premier cycle et deux prélèvements en aval pendant un second cycle. Au total quatre prélèvements ont donc été réalisés. Les résultats sont résumés dans le Tableau 13.

	E1 – aval	E2 – Aval	Conduit 1 Amont	Conduit 2 Amont
Poussières TSP	Concentration en mg/m ³			
	4,0	1,4	58,0	22,0

Tableau 13 : Résultats des concentrations en poussières totales en suspension (TSP) en amont et aval du système de filtration

L'efficacité de filtration peut être calculée comme suit :

$$EF = \frac{\text{Concentration}_{\text{amont}} - \text{Concentration}_{\text{aval}}}{\text{Concentration}_{\text{amont}}} \times 100$$

Le calcul est effectué en faisant la moyenne sur deux concentrations en amont et en aval. Il montre que l'efficacité de filtration est de 93%. Cette valeur semble satisfaisante cependant, la concentration en nombre de particules en aval des filtres dans la gamme de tailles 5nm – 1 μm n'est pas négligeable comme indiqué précédemment (6.2.2.1.1 Concentrations en nombre).

L'efficacité de filtration a également été évaluée en fonction de la distribution en tailles. Les résultats sont présentés sur les Figure 72 et Figure 73. Ces graphiques réalisés à partir du DMS 500 et de l'APS montrent que l'efficacité de filtration peut baisser jusqu'à 80 % pour des tailles inférieures à 10 nm et jusqu'à 93 % dans la gamme nanométrique et 10 μm dans la gamme micrométrique.

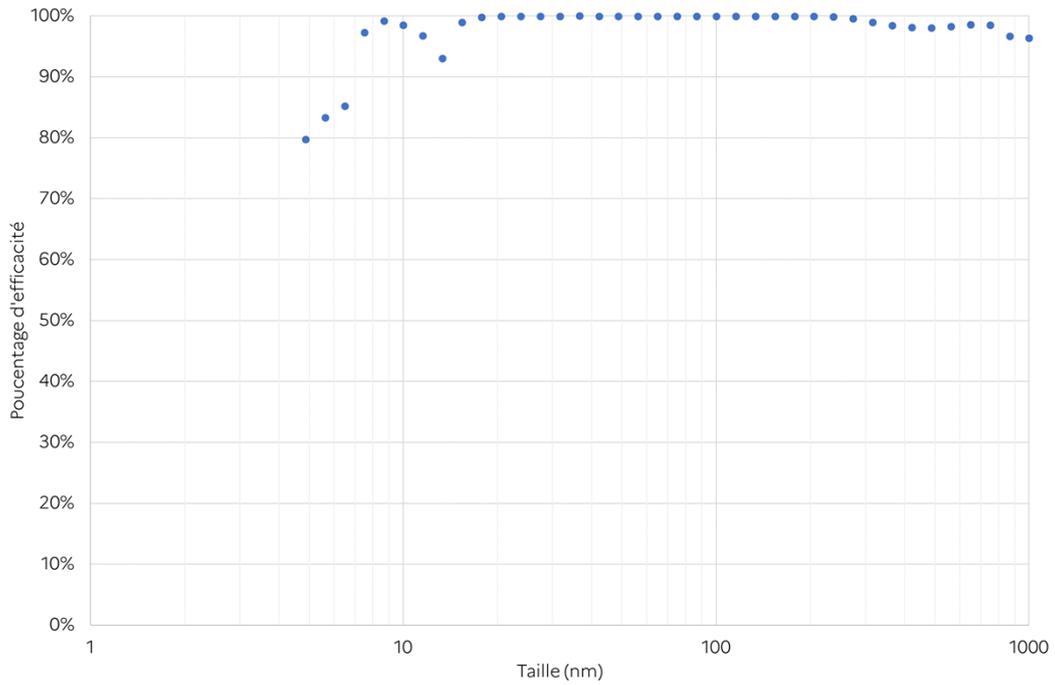


Figure 72 : Calcul de l'efficacité du système de filtration de la cabine de projection thermique plasma pour la gamme granulométrique 5 nm à 1 μm

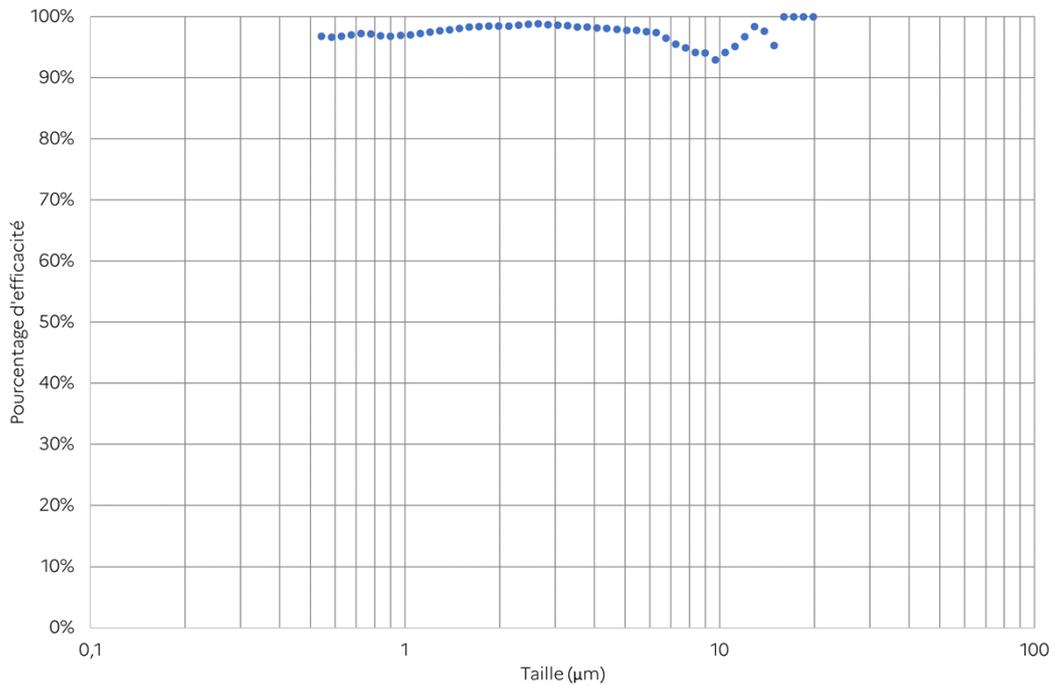


Figure 73 : Calcul de l'efficacité du système de filtration de la cabine de projection thermique plasma pour la gamme granulométrique de 0,5 à 20 μm

Si nous considérons la concentration massique (TSP), la quantité de matière mesurée en aval est très faible comparée à celle mesurée en amont (Tableau 13). L'efficacité de filtration est d'environ de 93 %. En ce qui concerne l'efficacité de filtration en fonction de la taille, on retrouve également des écarts importants entre les mesures et amont et aval, qu'il s'agisse de l'APS (Figure 67) ou DMS 500 (

Figure 68). Le calcul d'efficacité décrit ci-dessus a été mis en œuvre pour chacun des canaux du DMS 500 (Figure 72) et de l'APS (Figure 73). Pour les mesures réalisées avec l'APS, nous ne considérerons pas les données supérieures à 4/5 μm environ, pour des raisons de fiabilité de l'échantillonnage (pertes possibles dans le diviseur 4 voies).

A noter que pour la Figure 72, nous observons une efficacité de filtration du dispositif en majorité supérieure à 90% voire supérieure à 95%.

6.2.2.2. Les émissions diffuses

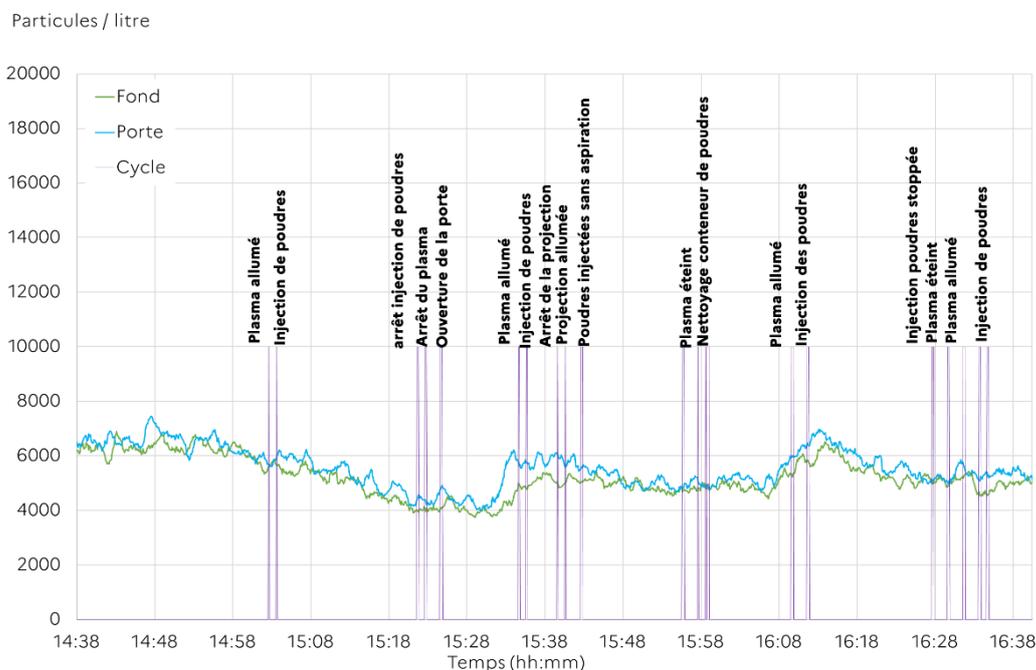


Figure 74 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules près de la porte et dans le fond

La Figure 74 montre l'évolution temporelle de la concentration du fond et près de la porte mesurée à l'aide d'un COP. On peut constater que la concentration du fond est légèrement inférieure ou égale à la concentration mesurée près de la porte. Quand le procédé de projection plasma est allumé et lorsque les poudres sont injectées, il n'y a pas d'augmentation de concentration en particules ni dans le fond ni près de la porte. Quels que soient les événements du cycle, les mesures se stabilisent entre 4000 et 6000 particules / litre. Les légers changements de concentration sont plutôt attribués à une coactivité dans le laboratoire. L'ouverture de la porte ne conduit pas à un transport des particules de l'intérieur de la cabine vers l'extérieur. Il y aurait donc une absence d'émission diffuse dans la gamme de tailles 0,3 – 20 μm .

6.2.2.3. L'exposition professionnelle non réglementaire

6.2.2.3.1. Analyse de l'exposition avec les compteurs de particules

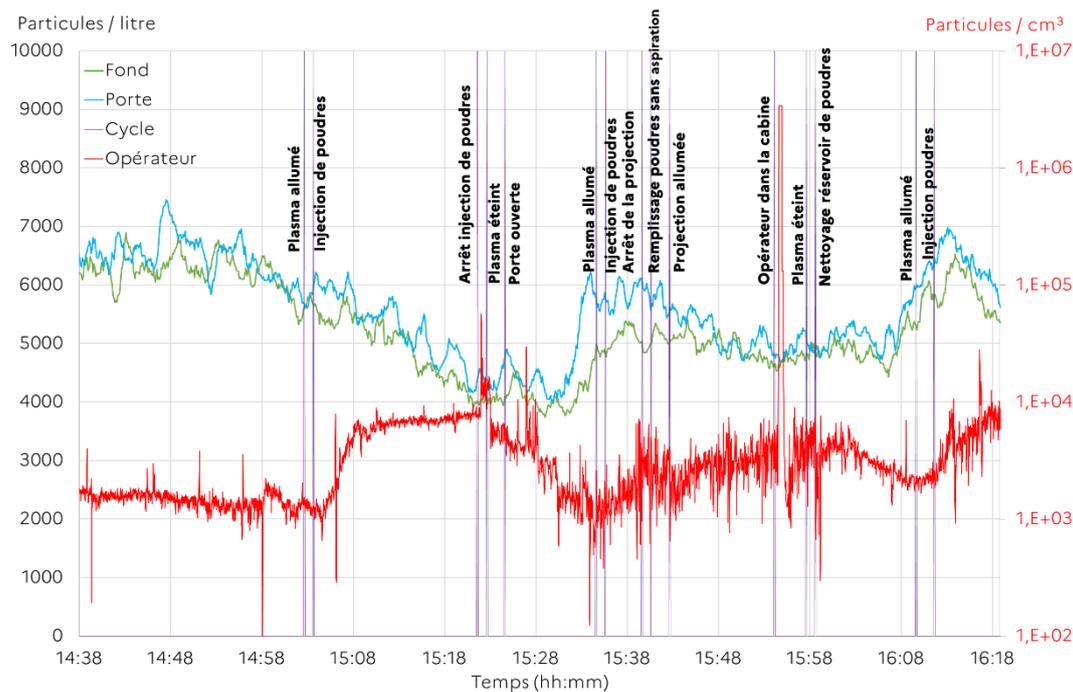


Figure 75 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules près de la porte, dans le fond et sur l'opérateur

La Figure 75 montre la concentration mesurée sur l'opérateur à l'aide d'un Disc Mini (gamme de tailles 10 à 700 nm). Les valeurs de concentration sont stables en dehors des périodes de projection. Cependant, dès que la poudre est injectée dans le plasma, une augmentation notable de la concentration peut être observée. Les valeurs des concentrations ne sont pas excessivement élevées (quelques milliers de particules par cm^3). Mais il y a une exposition à des particules fines lorsque l'opérateur se tient en dehors de la cabine sans que celle-ci est pu être identifiée précisément. A un moment donné sur le graphe de la Figure 75, un pic important d'une concentration d'environ 3×10^6 particules / cm^3 peut être observé. Celui-ci correspond à l'entrée de l'opérateur dans la cabine alors que celle-ci était en fonctionnement. La concentration en particules croit alors instantanément et de manière conséquente.

6.2.2.3.2. Analyse de l'exposition avec la microscopie électronique à transmission

Des analyses par microscopie électronique à transmission ont été réalisées grâce à des MPS portés par l'opérateur dans deux phases différentes : lorsque la projection plasma est en cours dans la cabine puis après la projection. Dans l'industrie en général, les opérations de projection plasma sont réalisées dans une cabine fermée avec des systèmes de sécurité. Aucun opérateur ne pénètre alors dans la cabine lorsque la torche plasma est en fonctionnement. Cependant, pour les plus petites compagnies, il existe encore des systèmes de projection non confinés dans lesquels les opérateurs peuvent être exposés. C'est la raison pour laquelle un test a été réalisé avec l'opérateur présent dans la cabine lorsque celle-ci est en fonctionnement.

Les prélèvements sur grille MET obtenus lorsque l'opérateur est dans la cabine de projection plasma en fonctionnement sont présentés sur la Figure 76.

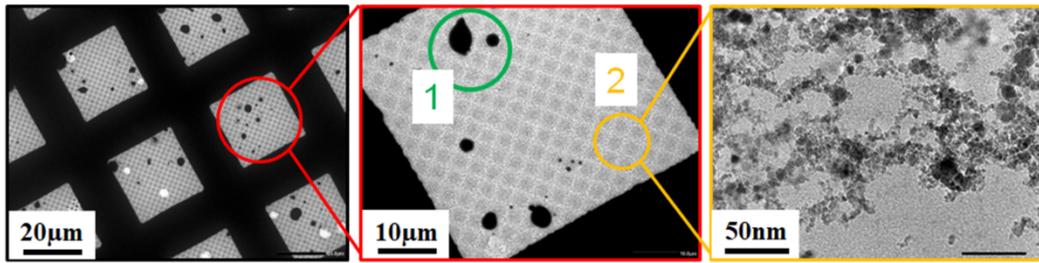


Figure 76 : Images MET correspondant à l'opérateur dans la cabine lorsque la projection plasma est en fonctionnement avec (1) particules micrométriques et (2) agrégats de nanoparticules.

Sur la grille, il y a deux catégories de particules. Tout d'abord, des particules micrométriques (1) peuvent être observées. L'analyse chimique élémentaire EDX montre que les particules micrométriques sont essentiellement composées de nickel (98% en masse) le reste étant 0,5 % d'oxygène et 0,6 % d'aluminium (en masse). La seconde catégorie de particules est constituée d'agrégats nanométriques (2). Les particules primaires de ces agrégats sont de tailles 5-10 nm. Les compositions chimiques des nanoparticules (en masse) sont de 50 % de nickel, 38 % d'oxygène et 2 % d'aluminium. Le taux d'oxygène des particules micrométriques suggère que celles-ci correspondent à des particules n'ayant pas pénétré le plasma. Au contraire, les nanoparticules sont beaucoup plus oxydées et donc pourvues d'une plus grande réactivité.

Les prélèvements sur grilles MET portées par l'opérateur après la fin de la projection dans la cabine sont présentées sur la Figure 77.

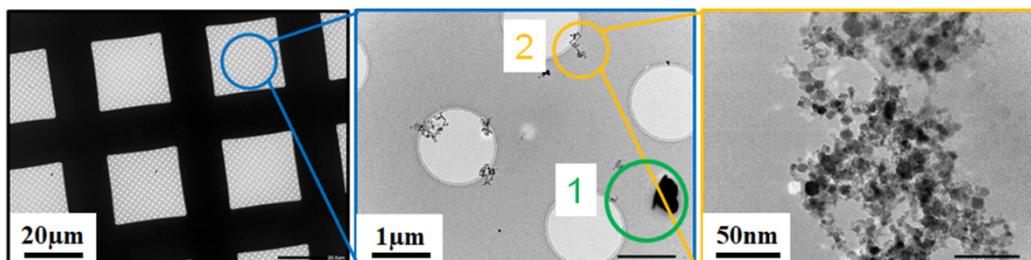


Figure 77 : Images MET correspondant à l'opérateur dans la cabine après la projection plasma avec (1) particules micrométriques et (2) agrégats de nanoparticules.

Tout d'abord, à temps de prélèvement égal, la grille est beaucoup moins chargée que dans le cas précédent. Cela est conforme à l'intuition étant donné que l'opération de projection est terminée. Ici encore, il y a deux catégories de particules sur les grilles. La première catégorie est formée par les particules micrométriques. Les compositions de celles-ci ne correspondent pas aux particules du procédé. Il est probable qu'elles proviennent d'une coactivité dans le bâtiment. La seconde catégorie est constituée d'agrégats de particules primaires nanométriques de tailles 5-10 nm.

L'analyse EDX donne des résultats identiques à ceux trouvés précédemment. Ces résultats montrent qu'il reste des agrégats de nanoparticules après les opérations de projection même après avoir ventilé la cabine à l'aide du panneau aspirant les particules. Cette observation pourrait être la conséquence de la pulvéulence de ces nanoparticules. Il se pourrait qu'il y ait une remise en suspension de celles-ci lorsque l'opérateur pénètre dans la cabine en piétinant des particules au sol.

6.2.3. Présentation des résultats des essais paramétriques

Ce chapitre traite des résultats d'essais paramétriques réalisés sur le procédé de projection thermique plasma.

Ces essais paramétriques ont consisté à évaluer l'influence de la modification des paramètres de projection à la source (granulométrie de la poudre et paramètre de la torche de projection) sur les émissions de particules (l'étude des performances des revêtements conçus avec ces différents paramètres fait l'objet d'un travail non présenté dans ce rapport).

Ainsi les configurations suivantes ont été étudiées lors d'une projection sur le support :

Paramètres	Conduit	Poudre	Puissance plasma (en KW)	Ampérage (en A)	Injection de l'argon (en l/min)	Injection d'hydrogène (en l/min)
Condition initiale	-	-	31,9	505	75	4,6
Configuration 1 Haute	Amont 1	320NS	46,9	650	75	9
Configuration 2 Basse	Amont 1	320NS	22,4	400	75	2
Configuration 3 Intermédiaire	Amont 1	320NS	26,3	450	75	3
Condition initiale	-	-	39,8	600	46	9
Configuration 4 Haute	Amont 2	480NS	45,6	650	46	12
Configuration 5 Basse	Amont 2	480NS	24,8	450	46	4
Configuration 6 Intermédiaire	Amont 2	480NS	33,6	550	46	7
Configuration 7 Intermédiaire	Aval filtre	480NS – 320 NS	33,6 31,9	550 505	46 75	7 46

Ces essais paramétriques ont été réalisés en amont et aval de l'installation de filtration avec les deux types de poudres (480 NS et 320 NS) sept configurations. Le panneau aspirant de la cabine de projection disposant de deux conduits d'évacuation en amont de l'installation de filtration les essais ont donc été réalisés pour les configurations 1 à 3 sur le conduit amont 1, les configurations 4 à 6 sur le conduit amont 2 et la configuration 7 en aval de l'installation de filtration.

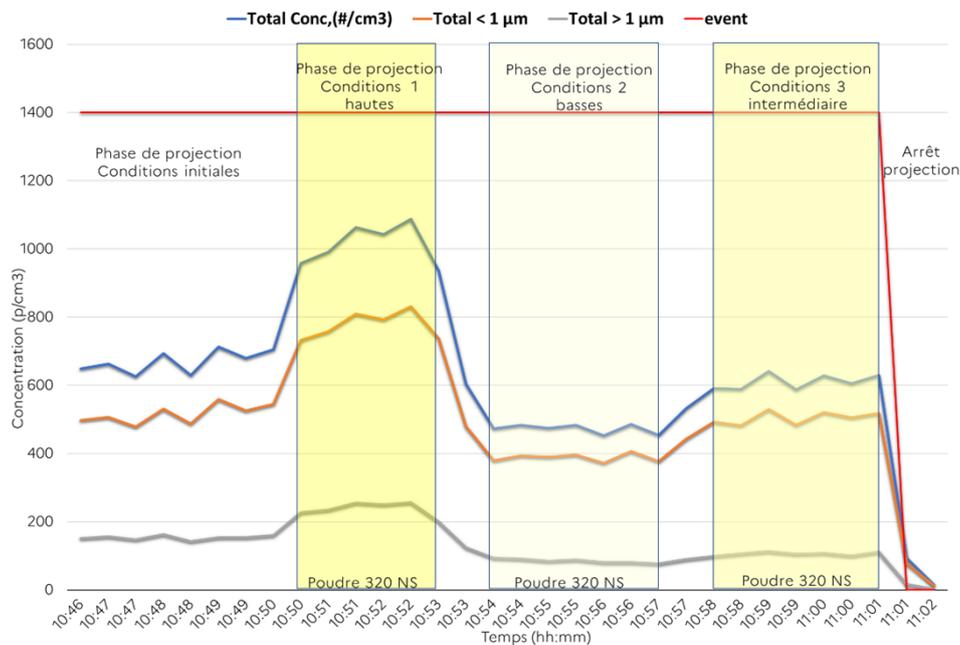


Figure 78 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 0,5 à 20 µm par APS en amont du système de filtration dans le conduit 1 avec la poudre 320 NS dans les configurations de projection 1 à 3

Les essais paramétriques des configurations 1 à 3 avec la poudre 320 NS en amont de l'installation de filtration sur le conduit 1 sont présentés sur la Figure 78.

La concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 0,5 nm – 20 µm pour les configurations 1 à 3 est :

- Condition 1 (haute) à 1000 particules / cm³;
- Condition 2 (basse) à 480 particules / cm³;
- Condition 3 (intermédiaire) à 600 particules / cm³

On constate donc une évolution de la concentration en nombre de particules suivant la configuration. Celle-ci est comprise entre 480 à 1000 particules / cm³, la concentration de la configuration initiale étant d'environ 650 particules / cm³.

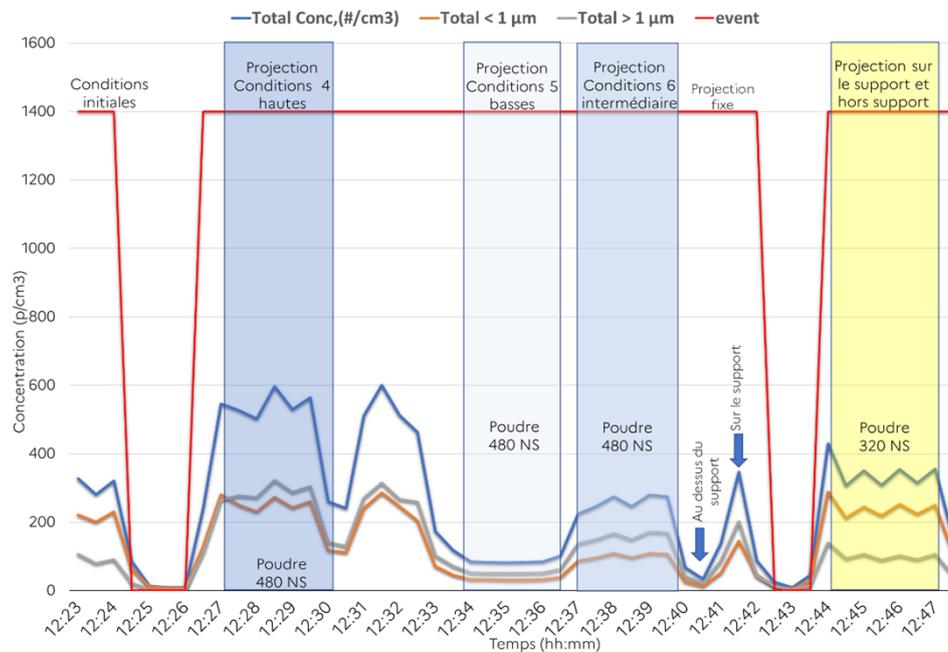


Figure 79 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 0,5 à 20 µm par APS en amont du système de filtration dans le conduit 2 avec la poudre 480 NS dans les configurations de projection 4 à 6

Les essais paramétriques des configurations 4 à 6 avec la poudre 480 NS en amont de l'installation de filtration sur le conduit 1 sont présentés sur la Figure 79.

La concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 0,5 nm – 20 µm pour les configurations 4 à 6 est :

- Condition 4 (haute) à 600 particules / cm³;
- Condition 5 (basse) à 80 particules / cm³;
- Condition 6 (intermédiaire) à 280 particules / cm³

On constate donc une évolution de la concentration en nombre de particules suivant la configuration. Celle-ci est comprise entre 80 à 600 particules / cm³, la concentration de la configuration initiale étant d'environ 300 particules / cm³.

Enfin, on observe des variations de concentration en nombre de particules lors du déplacement de la torche plasma sur le support et hors du support

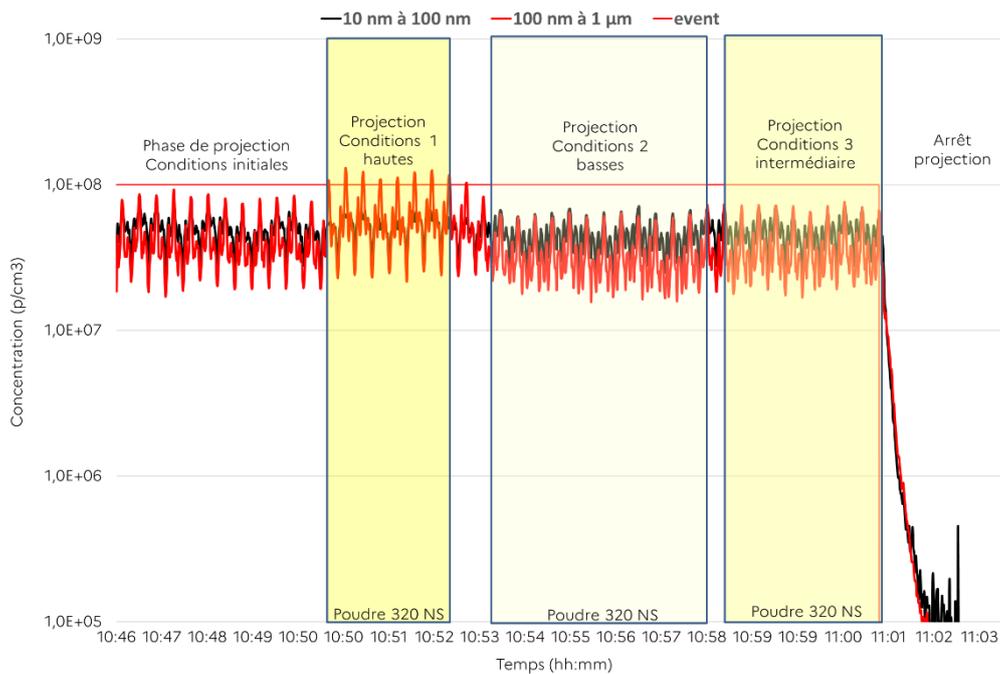


Figure 80 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 µm par le DMS 500 en amont du système de filtration dans le conduit 1 avec la poudre 320 NS dans les configurations de projection 1 à 3

Les essais paramétriques des configurations 1 à 3 avec la poudre 320 NS en amont de l'installation de filtration sur le conduit 1 sont présentés sur la Figure 80.

La concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 10 nm – 1 µm pour les configurations 1 à 3 est :

- Condition 1 (haute) à $5,5 \times 10^7$ particules / cm^3 ;
- Condition 2 (basse) à $3,1 \times 10^7$ particules / cm^3 ;
- Condition 3 (intermédiaire) à $3,5 \times 10^7$ particules / cm^3

On constate donc une évolution de la concentration en nombre de particules suivant la configuration. Celle-ci est comprise entre $3,1 \times 10^7$ et $5,5 \times 10^7$ particules / cm^3 , la concentration de la configuration initiale étant d'environ 4×10^7 particules / cm^3 .

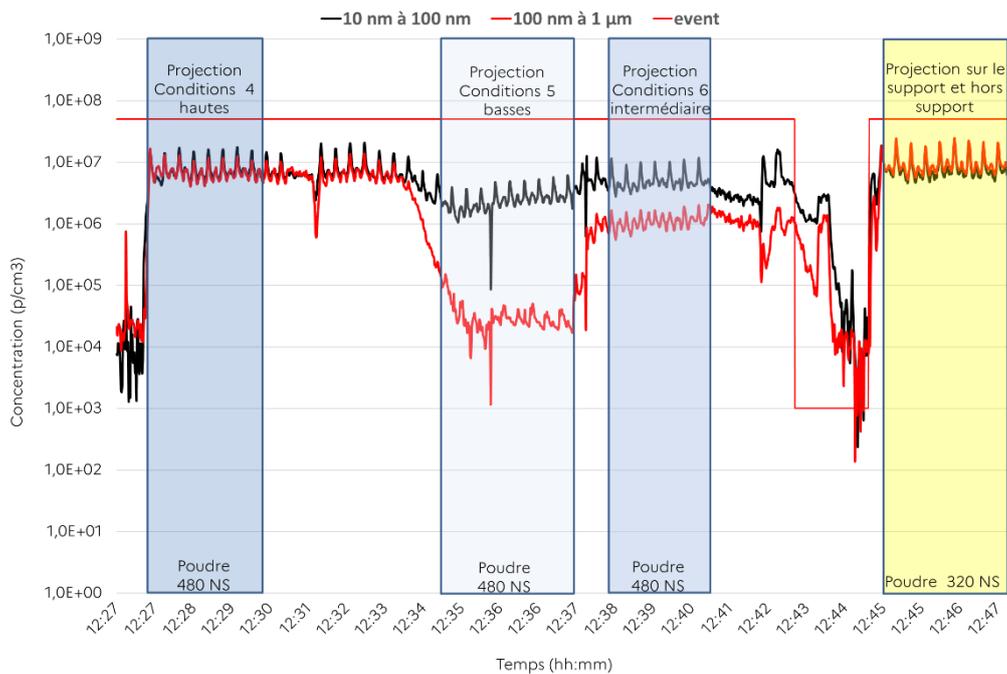


Figure 81 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 µm par le DMS 500 en amont du système de filtration dans le conduit 2 avec la poudre 480 NS dans les configurations de projection 4 à 6

Les essais paramétriques des configurations 4 à 6 avec la poudre 480 NS en amont de l'installation de filtration sur le conduit 1 sont présentés sur la Figure 81.

La concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 10 nm – 1 µm pour les configurations 4 à 6 est :

- Condition 4 (haute) à 7×10^6 particules / cm^3 ;
- Condition 5 (basse) à 3×10^4 particules / cm^3 ;
- Condition 6 (intermédiaire) à 1×10^6 particules / cm^3 .

On constate donc une évolution de la concentration en nombre de particules suivant la configuration. Celle-ci est comprise entre 3×10^4 à 7×10^6 particules / cm^3 , la concentration de la configuration initiale étant d'environ $3,6 \times 10^6$ particules / cm^3 .

Comme pour la gamme de taille 0,5 à 20 µm, on observe le même type de variations de concentration en nombre de particules lors du déplacement de la torche plasma sur le support et hors du support.

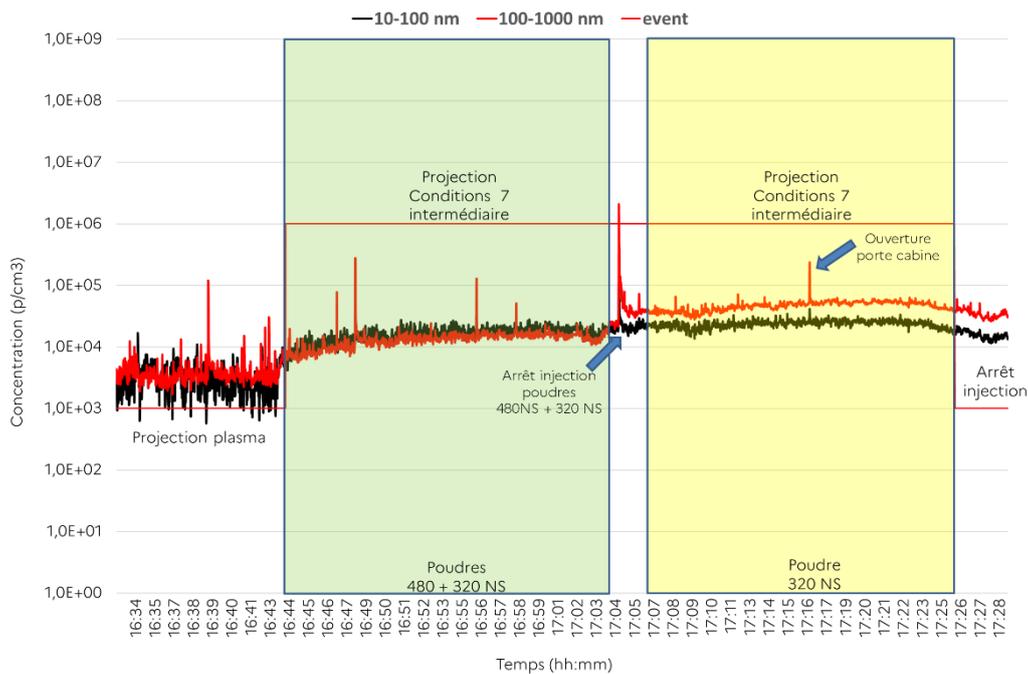


Figure 82 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 µm par la DMS 500 en aval du système de filtration avec les poudres 320 et 480 NS dans la configuration de projection 7

Les essais paramétriques de la configuration 7 avec les poudres 320 et 480 NS en aval de l'installation de filtration sont présentés sur la Figure 82.

La concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 10 nm – 1 µm pour la configuration 7 est :

- Condition 7 (intermédiaire - Poudres 480 + 320 NS) à $1,4 \times 10^4$ particules / cm^3 ;
- Condition 7 (intermédiaire – Poudre 320 NS) à $5,3 \times 10^4$ particules / cm^3 .

On constate donc une évolution de la concentration en nombre de particules suivant le type de poudre. Celle-ci est comprise entre $1,4 \times 10^4$ à $5,3 \times 10^6$ particules / cm^3 .

En conclusion, les essais paramétriques réalisés sur ce procédé thermique à plasma avec ces poudres révèlent qu'il est possible d'abaisser la concentration en nombre des particules de 0,5 à 1 µm de 27 % environ pour la poudre 320NS et 75% pour la poudre 480NS. Alors que pour la gamme de taille (1 µm – 20 µm), l'impact est moins significatif.

En revanche pour la configuration 4, il n'y a quasiment pas d'écart de concentration entre les 2 gammes de taille.

A l'inverse pour la configuration 5, on constate un écart important entre les gammes de taille (10 - 100 nm et 100 – 1 µm). La gamme de taille (100 – 1 µm) étant celle avec le grand écart. De plus pour la configuration 6, le même phénomène est observé avec un écart moins important entre les gammes.

Synthèse des résultats de la projection thermique à plasma sous air à la pression atmosphérique dans le cadre du projet CaRPE (campagne 2 – partenaire 2)

<p>Emissions canalisées</p>	<p>En amont du procédé de filtration, les concentrations en nombre de particules dans la gamme de taille :</p> <ul style="list-style-type: none"> • 5 nm < dp < 1 µm sont comprises entre 10⁴ et 10⁷ particules / cm³ • 500 nm < dp < 20 µm sont comprises entre 10² et 10³ particules / cm³ <p>En aval du procédé de filtration, les concentrations en nombre de particules dans la gamme de taille :</p> <ul style="list-style-type: none"> • 5 nm < dp < 1 µm sont comprises entre 10³ et 10⁴ particules / cm³ • 500 nm < dp < 20 µm sont de 20 particules / cm³ <p>Les essais paramétriques réalisés sur ce procédé thermique à plasma avec ces poudres révèlent qu'il est possible d'abaisser la concentration en nombre de particules de 0,5 à 1 µm d'environ 27 % pour la poudre 320 NS et 75 % pour la poudre 480 NS. Pour la gamme de taille (1µm – 20 µm), l'impact est moins significatif</p>
<p>Filtration</p>	<p>Efficacité de filtration est de 93 % en poussières totales en suspension.</p> <p>Le suivi en nombre de particules en fonction du temps indique un nombre de particules nanostructurées compris entre 10³ et 10⁴ particules/cm³ (Cf: émissions canalisées). L'efficacité de filtration évaluée en fonction de la distribution en tailles peut baisser jusqu'à 80 % pour des tailles inférieures à 10 nm. Celle-ci reste supérieure à 93 % dans la gamme micrométrique de 0,5 à 20 µm.</p> <p>Enfin une augmentation du colmatage du procédé de filtration a été observée à la suite des phases de projection.</p>
<p>Emissions diffuses</p>	<p>Les mesures lors de la projection n'indiquent pas d'émissions diffuses à proximité de celle-ci lors de l'ouverture de la porte. Une émission diffuse est mesurée hors de la cabine fermée (5x10³ particules / cm³)</p>
<p>Exposition non réglementaire</p>	<p>Une exposition importante de l'opérateur est mesurée lors de son accès dans la cabine en phase de projection (environ 3x10⁶ particules/cm³ dans la gamme de taille 10 nm à 700 nm). Une exposition plus réduite est aussi mesurée lors des différentes phases d'activités « hors projection » de l'opérateur et ce même après ventilation de la cabine (remise en suspension, environ 5x10³ particules / cm³ sur un bruit de fond de 2x10³ particules / cm³).</p> <p>Les analyses de l'exposition avec la microscopie électronique à transmission (Cf : 6.3.2.3.2) confirment la présence de particules nanostructurées et submicrométriques en nombre important lors de l'accès de l'opérateur dans la cabine en phase de projection et la présence de particules nanostructurées en faible nombre dans la cabine lors des différentes phases d'activités « hors projection ».</p> <p>Comme pour le partenaire 4, le respect du temps d'attente du renouvellement d'air optimal avant d'entrer dans la cabine, ainsi que le port de protections respiratoires adéquates peuvent réduire l'exposition professionnelle.</p> <p>A noter, l'utilisation de systèmes d'aspiration reliés aux installations de filtration pour le nettoyage dans la cabine réduisant ainsi les émissions diffuses, l'exposition professionnelle et la remise en suspension des particules</p>

Tableau 14 : Synthèse de la campagne 2 – partenaire 2 – Projection thermique à plasma sous air à pression atmosphérique

6.3. Campagne 2 - Partenaire 2 – Atomisation de poudres métalliques

6.3.1. Présentation de l'installation et des points de mesure

6.3.1.1. Présentation de l'installation

L'installation où les mesures sont effectuées est présentée sur la Figure 83. La tour d'atomisation de poudre est localisée dans une halle d'essais avec différents ateliers autour. Un opérateur est en charge de la tour d'atomisation de poudre.

L'installation d'atomisation de poudre est constituée sur la partie haute d'un autoclave à double paroi refroidie avec entrée du gaz d'atomisation (Argon) contenant un creuset dans lequel on place le métal à fondre. Ce creuset est équipé d'un barreau bouchon permettant de contenir le métal en fusion lors de la phase de chauffage par induction. Il repose sur l'unité d'atomisation centrale (buse d'atomisation) relié à la tour d'atomisation. Dans la partie basse et sur le côté de la tour d'atomisation en sortie du gaz après un cyclone se trouvent les pots réceptacles de poudre. Les caractéristiques de la poudre et du métal utilisés sont présentées dans le Tableau 15 ci-dessous.

Métal utilisé	Granulométrie produit fini	Composition	Débit d'injection	Rendement estimé
40 kg de Cuivre	45 µm	Barre de cuivre	2 kg / min	30 à 40 %

Tableau 15 : Poudres utilisées pour l'atomisation lors de la campagne 2 partenaire 2

6.3.1.2. Présentation du point de mesure #1

Le dispositif mis en place pour réaliser les mesures dans cette campagne est très similaire à celui utilisé chez le partenaire 4.

Une buse de prélèvement est installée dans le conduit de rejet après l'installation de filtration au point #1 pour y réaliser des mesures.

Dans chaque cas, la buse de prélèvement est reliée à un diviseur de débit connecté à tous les instruments. Comme précédemment, le prélèvement est réalisé dans les conditions les plus proches possibles de l'isocinétisme. Tout comme dans la campagne précédente, le prélèvement de particules dans un conduit est une opération délicate. Le prélèvement a cependant été réalisé de telle sorte que la vitesse de l'effluent soit celle en entrée du diviseur de débit pour respecter l'isocinétisme le mieux possible. La détermination des concentrations a été réalisées en restant au plus proche des contraintes normatives tout en s'adaptant à l'installation du partenaire 2. Le schéma de principe du dispositif est présenté sur la Figure 44.

6.3.1.3. Présentation des points de mesure #2 et #2 bis

Comme dans le cas de la campagne 2 pour la projection thermique, deux compteurs de particules (Grimm COP) ont été utilisés pour suivre l'évolution temporelle de la concentration de particules en nombre et détecter toute émission diffuse. Ils ont été disposés près de la tour d'atomisation et à l'entrée de la halle du procédé d'atomisation pour mesurer le bruit de fond.

6.3.1.4. Présentation des points de mesure #3, #4 et #5

L'opérateur a été équipé d'un compteur de particules (DiscMini) pour suivre l'évolution temporelle de la concentration en particules en temps réel lors de l'ensemble des opérations d'atomisation. Un préleveur MPS a également équipé l'opérateur pour une analyse ultérieure de la morphologie des particules et leur composition chimique élémentaire.

Thèmes

Emission canalisée et filtration

#1

Exposition non réglementaire

#3

#4

#5

Emission diffuse

#2

#2 bis

Concentrations en particules



Mesures, instruments et point de mesure correspondant

(1) Concentration en nombre en temps réel
CPC3007, COP GRIMM et Disc Mini

#1	#2	#2 bis
#3	#4	#5

(2) Microscopie électronique
Mini Particle Sampler (MPS) et JEOL 1400

#1	#2	#2 bis
#3	#4	#5

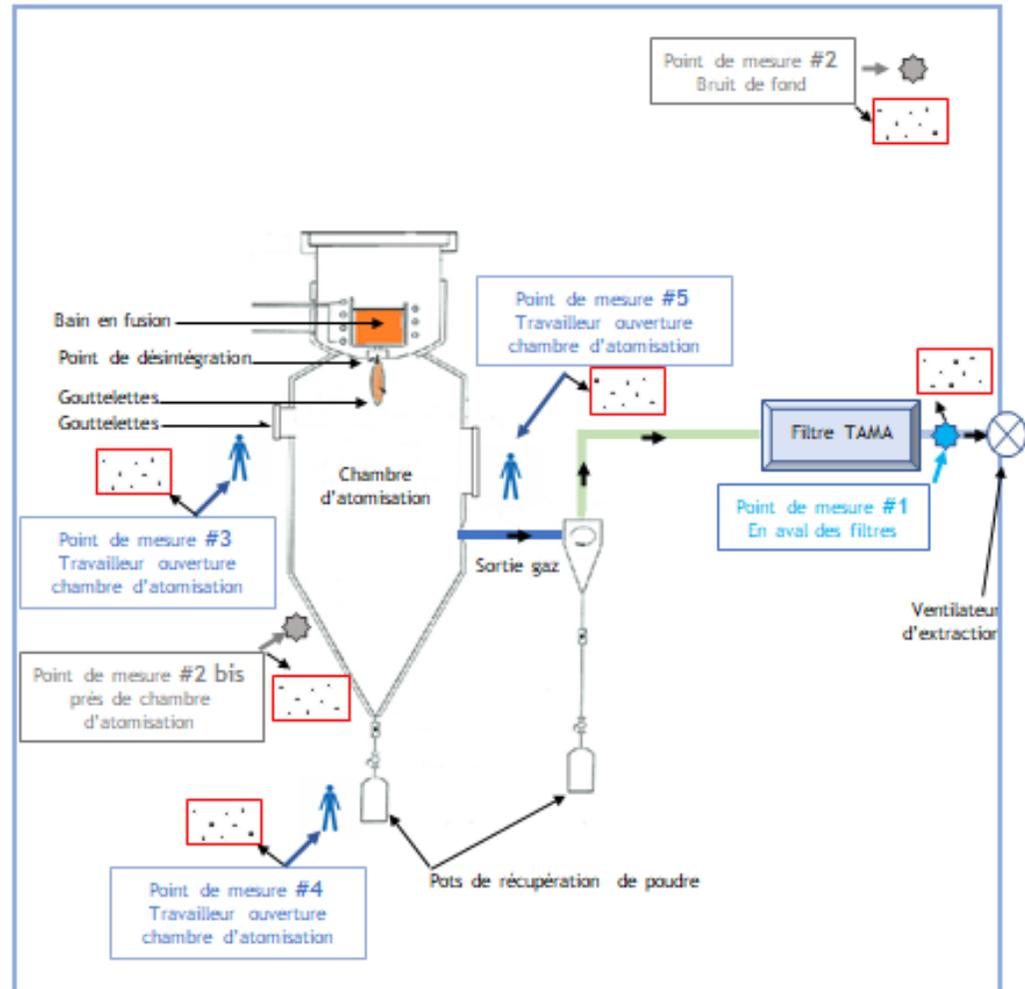


Figure 83 : Plan de l'installation d'atomisation de poudre du partenaire 2 avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.

6.3.2. Présentation des résultats

La présentation des résultats se regroupe selon trois thèmes (voir Figure 59) :

- Les émissions canalisées et la filtration ;
- Les émissions diffuses ;
- L'exposition professionnelle non réglementaire.

6.3.2.1. Les émissions canalisées et la filtration

6.3.2.1.1. Concentrations en nombre

Les évolutions temporelles en concentrations en nombre ont été examinées en utilisant l'APS et le DMS 500 pour couvrir plusieurs gammes de tailles. Les mesures avec le DMS500 étant inférieures à la limite de quantification, seuls les résultats de l'APS sont présentés.

La configuration de l'installation en amont du filtre n'a pas permis de réaliser des mesures à ce niveau. L'évolution temporelle de la concentration en nombre a donc été examinée par le granulomètre APS sur le conduit d'évacuation uniquement en aval du système de filtration pour l'ensemble des opérations d'atomisation.

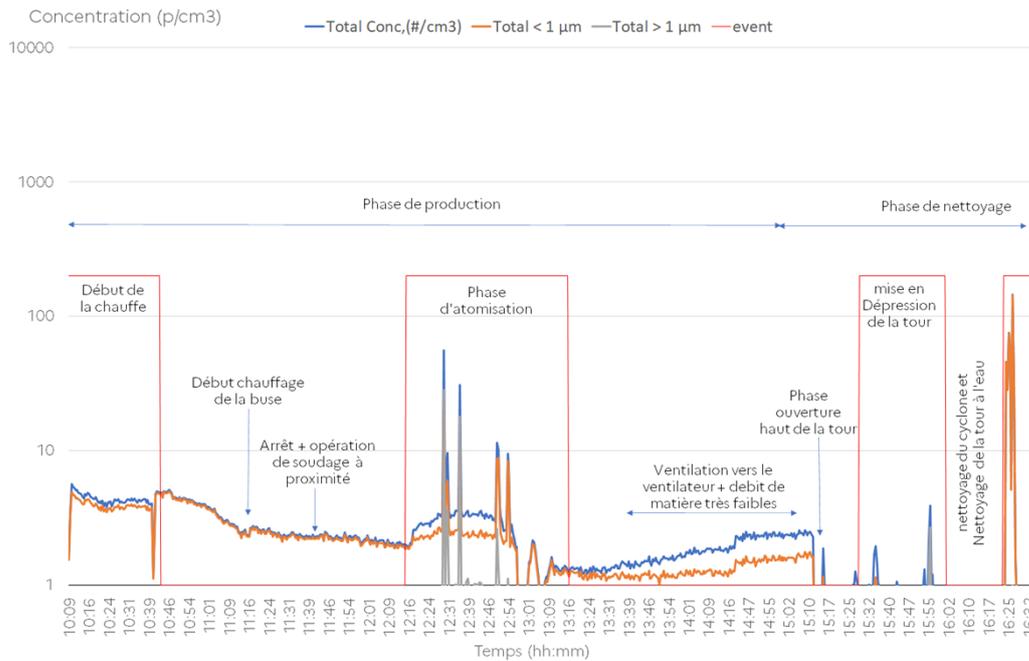


Figure 84 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules mesurée par l'APS sur la gamme de tailles 0.5 – 20 µm en aval du système de filtration de la tour d'atomisation lors de son fonctionnement

Le suivi de l'évolution temporelle des concentrations de particules en aval du système de filtration montre quelques pics de concentration (< 100 particules par cm^3) lors des phases d'atomisation ou de nettoyage. La concentration totale moyenne reste inférieure à 10 particules par cm^3 . Par comparaison, la concentration moyenne dans l'air urbain mesurée avec le même type d'instrument est d'environ 7300 particules / cm^3 [34][35].

6.3.2.1.2. Granulométrie

Les distributions en tailles lors de la phase d'atomisation ont été examinées grâce à l'instrument APS.

Les distributions en tailles obtenues avec l'APS sont présentées sur la Figure 85. La distribution obtenue lors de la phase d'atomisation est comprise entre 0,542 et 6,264 μm .

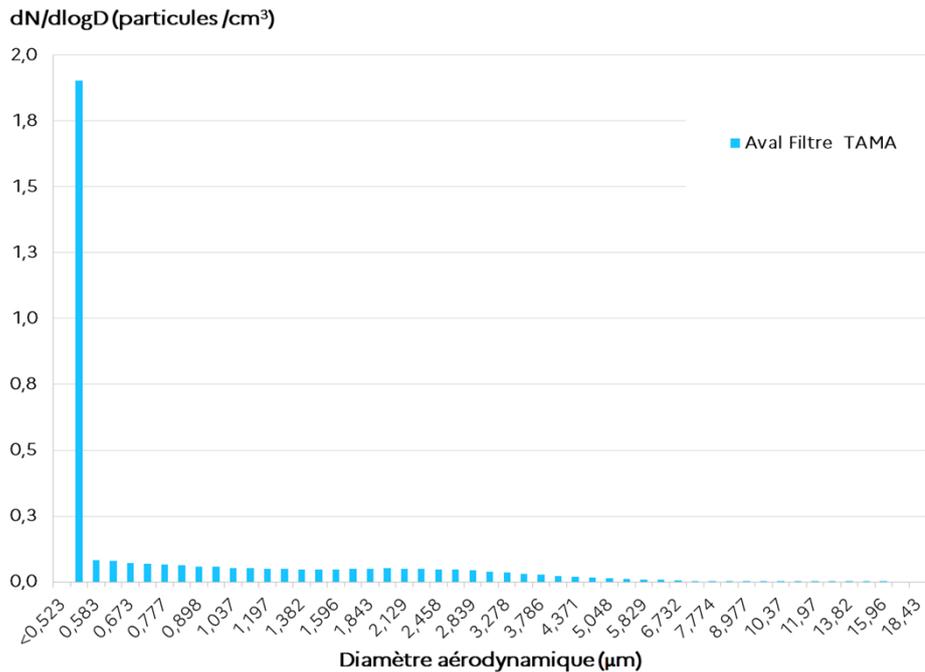


Figure 85 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en aval du système de filtration de la tour d'atomisation

6.3.2.1.3. L'efficacité de filtration

La masse totale de particules a été mesurée par prélèvement sur filtre en aval de l'installation de filtration lors de la phase d'atomisation. La masse totale obtenue est $< 1\text{mg}/\text{m}^3$.

6.3.2.1.4. Microscopie électronique à transmission

Un prélèvement MPS a été réalisé à la fin de l'opération d'atomisation dans le conduit de rejet atmosphérique en aval de l'installation de filtration (point de prélèvement #2). Les images de ces prélèvements MPS sont présentées sur la Figure 86.

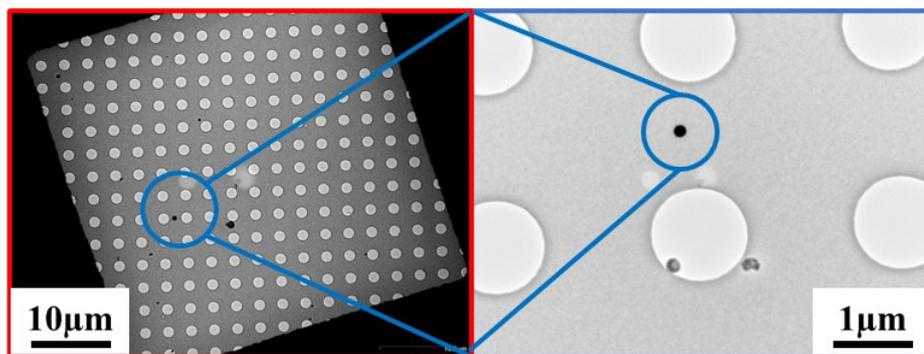


Figure 86 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit en aval du système de filtration. De rares particules sphériques micrométriques de cuivre

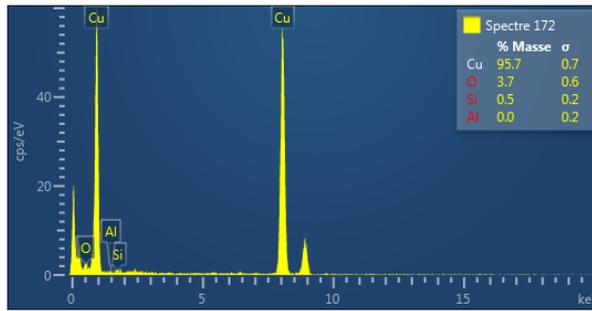


Figure 87 : Spectre EDX confirmant l'origine des particules de cuivre

Les particules micrométriques sont très peu nombreuses. La filtration semble donc efficace. On retrouve cependant quelques particules micrométriques sphériques issues de l'atomisation. La composition chimique élémentaire des particules collectées (analyse EDX) révèle une composition à 95 % de cuivre, 3,9 % d'oxygène.

6.3.2.2. Les émissions diffuses

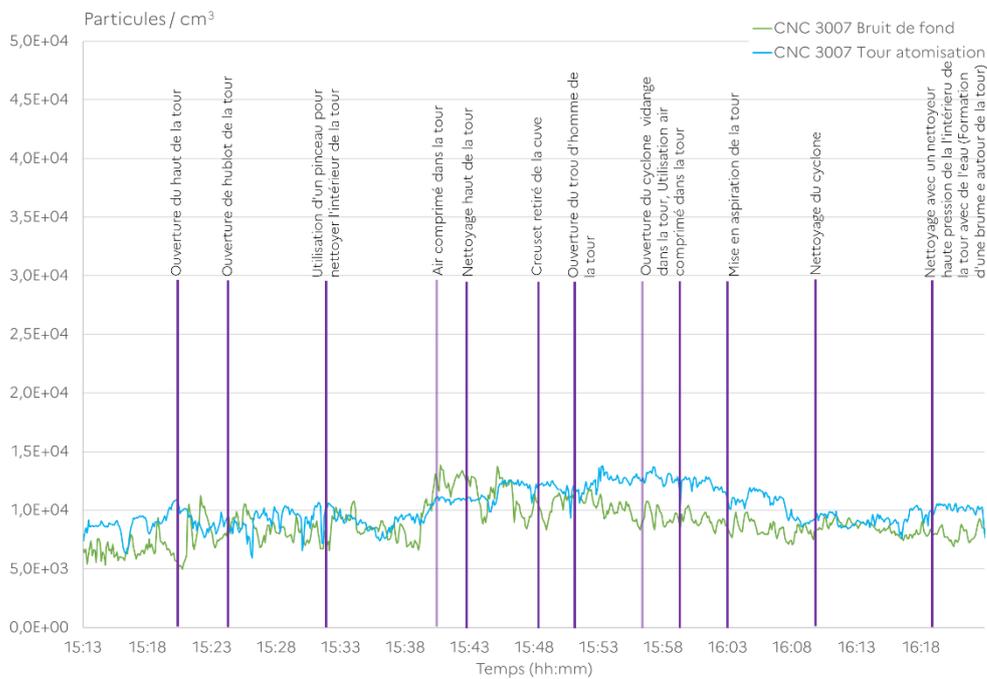


Figure 88 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules près de la tour et dans le fond

A noter que pour les mesures des émissions diffuses réalisées lors de phase de production d'atomisation la concentration en nombre de particules dans le bruit de fond de la halle et à proximité du procédé d'atomisation est identique dans la gamme de tailles 10 nm – 1 μ m.

La Figure 88 montre l'évolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans le bruit de fond de la halle et à proximité du procédé d'atomisation lors des opérations annexes (démontage, et nettoyage). On observe que la concentration de fond est légèrement inférieure ou égale à la concentration mesurée à proximité du procédé.

Les émissions diffuses dans la gamme de tailles 0,3 – 20 μ m sont négligeables (< 20 particules/cm³).

6.3.2.3. L'exposition professionnelle non réglementaire

6.3.2.3.1. Suivi de l'exposition avec les compteurs de particules

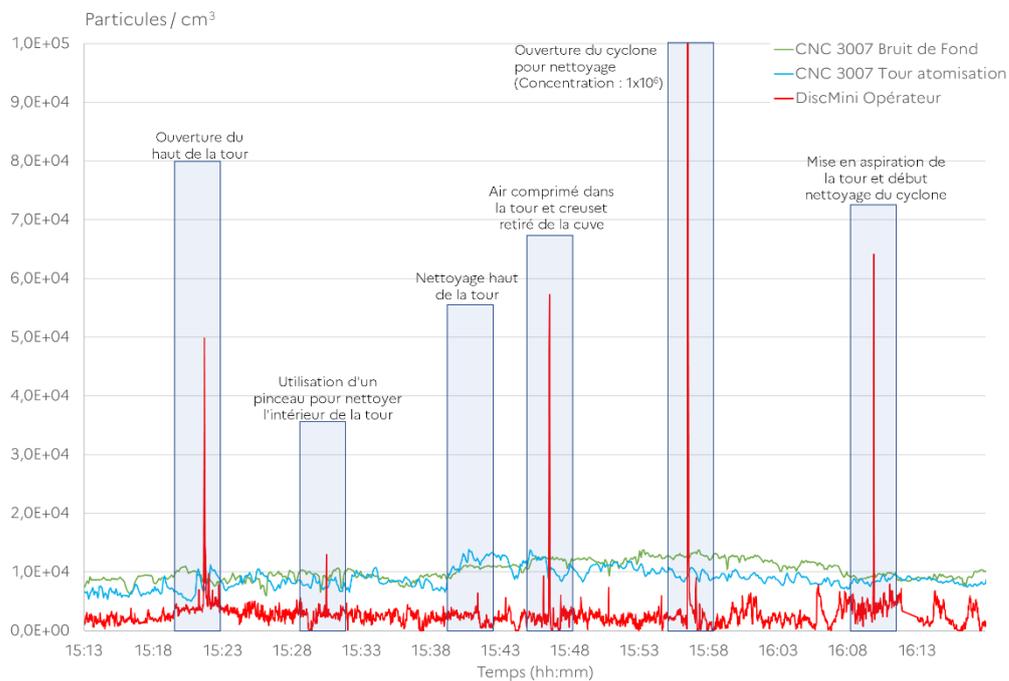


Figure 89 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules près de la tour d'atomisation, dans le fond et sur l'opérateur

La Figure 89 montre la concentration mesurée sur l'opérateur à l'aide d'un DiscMini (gamme de tailles 10 à 700 nm) et en parallèle les concentrations mesurées par les CNC 3007 en proximité du procédé et en bruit de fond de l'installation.

Les valeurs de concentration sont stables en dehors des périodes d'accès direct au procédé d'atomisation notamment lors du démontage du cyclone (concentration 1×10^6 particules/cm³) et lors de phases de nettoyage à l'air comprimé de la cuve ou du nettoyage du cyclone.

Au niveau de l'opérateur, il existe donc une exposition à des particules fines lors des opérations annexes de démontage, de nettoyage du procédé et de la zone de travail.

On notera que l'opérateur a utilisé pour l'ensemble des opérations, un appareil de protection respiratoire à ventilation assistée (casque avec oculaire panoramique) et que dans 12 % des situations, les salariés ne portent pas d'appareil de protection respiratoire [6]

6.3.2.3.2. Analyse de l'exposition avec la microscopie électronique à transmission

Des analyses par microscopie électronique à transmission ont été réalisées grâce à des préleveurs MPS portés par l'opérateur lors des phases annexes : ouverture de la tour d'atomisation et du cyclone.

Les prélèvements sur grille MET obtenus lors de ces phases sont présentés sur les Figure 90 et Figure 91.

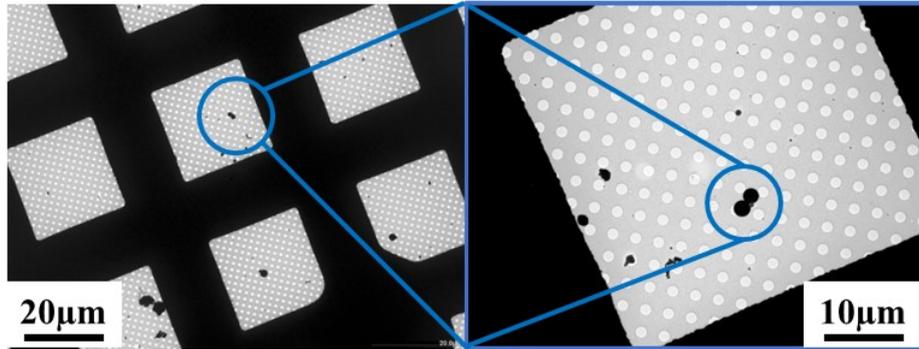


Figure 90 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées sur l'opérateur lors de l'ouverture de la tour d'atomisation. Présence de particules sphériques micrométriques de cuivre

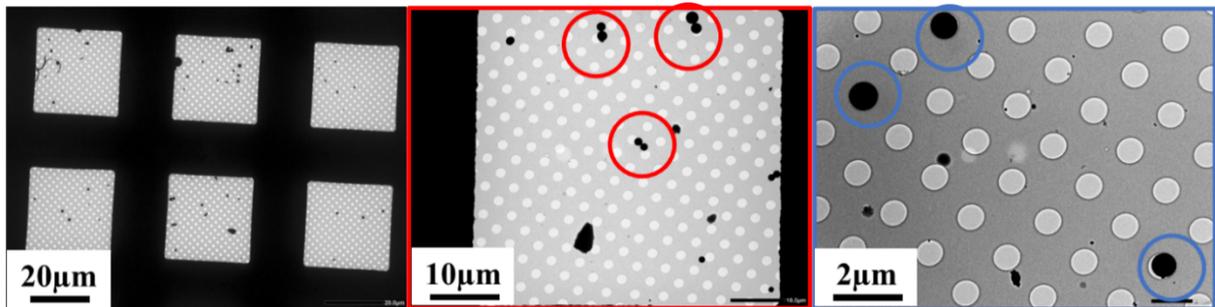


Figure 91 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées sur l'opérateur lors de l'ouverture du cyclone. Présence de particules sphériques micrométriques de cuivre

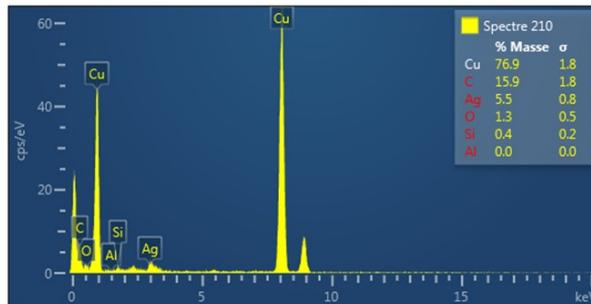


Figure 92 : Spectres EDX confirmant l'origine des particules de cuivre

On observe que la grille lors de l'ouverture de la tour d'atomisation est moins remplie que celle lors de l'ouverture du cyclone.

Les particules micrométriques observées sont de deux catégories : de grosses particules (2 à 3 µm) sans forme spécifique dont les compositions ne correspondent pas aux particules du procédé. Il est probable qu'elles proviennent d'une coactivité dans la halle d'essais. De petites particules de forme sphérique (< 1 µm) sont composées de cuivre à 77% (en masse) le reste étant à 16 % de carbone, 5,5% d'argent et 1,3 % d'oxygène.

Synthèse des résultats de l'atomisation sous gaz inerte de poudres métalliques dans le cadre du Projet CaRPE (campagne 2 – partenaire 2)

Emissions canalisées	<p>Le suivi temporel de la concentration en nombre de particules ($0,5 \mu\text{m} < dp < 20 \mu\text{m}$) lors de l'ensemble des phases de l'atomisation est resté $< 10^2$ particules / cm^3.</p> <p>L'observation en microscopie électronique à transmission confirme la présence de rares particules sphériques micrométriques de cuivre (voir Figure 86).</p>
Filtration	<p>L'efficacité de filtration n'a pu être effectuée. Mais la mesure de poussières totales réalisée en aval de l'installation de filtration est $< 1 \text{ mg/m}^3$.</p>
Emissions diffuses	<p>En proximité de la tour d'atomisation, aucune émission diffuse de particules dans les gammes de tailles $0,3 - 20 \mu\text{m}$ et 10 nm et $1 \mu\text{m}$ n'a été mesurée.</p>
Exposition non réglementaire	<p>Les opérations annexes constituent l'essentiel des expositions au niveau de l'opérateur.</p> <p>Les valeurs de concentration sont stables en dehors des périodes d'accès direct au procédé d'atomisation notamment lors du démontage du cyclone (concentration en nombre de particules : 10^6 particules / cm^3 dans la gamme de taille 10 nm à 700 nm) et lors de phases de nettoyage à l'air comprimé de la cuve ou du nettoyage du cyclone.</p> <p>Au niveau de l'opérateur, il existe donc une exposition à des particules fines lors des opérations annexes. De plus, les observations qualitatives du transfert d'une partie du procédé pour le nettoyage créent une exposition indirecte vers d'autres opérateurs de la plateforme.</p>

Tableau 16 : Synthèse de la campagne 2 – partenaire 2 – Atomisation sous gaz inerte de poudres métalliques

6.4. Campagne 2 - Partenaire 6 – Fabrication additive

6.4.1. Présentation de l'installation et des points de mesure

6.4.1.1. Présentation de l'installation

L'installation est décrite en Figure 93. Des mesures ont été réalisées chez le partenaire 6, dans le but de caractériser les émissions canalisées en particules issues de deux machines de fabrication additives de type EOS 270 et EOS 280 fonctionnant par fusion laser de poudres métalliques (procédé SLM) lors d'une phase de production. La machine EOS 280 est la plus récente des deux. Ces essais (d'une durée de 2h) ont été réalisés simultanément en parallèle sur ces deux machines au cours de la fabrication d'une même pièce, utilisant la même matière première. Il est ainsi possible de comparer les tailles, les niveaux de concentration en nombre, la nature et la morphologie des particules émises en sortie de chaque machine. Les caractéristiques des poudres sont présentées dans le Tableau 17.

Poudres utilisées	Granulométrie	Composition	Dimensions zone de travail mm ³
Partenaire 6	15-36 µm	Fer 70 % Cr 17,7 % Ni 12,6 % Si, Mn, Co, V, Cu, C, etc. < 1%	250 x 250 x 325

Tableau 17 : Poudres utilisées lors de la campagne 2 – partenaire 6

6.4.1.2. Présentation des points de mesure #1 et #1 bis

Les points de prélèvement sont positionnés dans les conduits d'évacuation des machines de fabrication additive M270 (EOS 270) et M280 (EOS 280). Une buse de prélèvement est installée dans chacun des conduit #1 et #1 bis pour y réaliser des mesures. Dans chaque cas, la buse de prélèvement est reliée à un diviseur de débit connecté à tous les instruments. Comme précédemment, le prélèvement est réalisé dans les conditions les plus proches possibles de l'isocinétisme. La détermination des concentrations a été réalisée en restant au plus proche des contraintes normatives tout en s'adaptant à l'installation du partenaire 6. Le schéma de principe du dispositif est présenté sur la Figure 44Figure 93.

La caractérisation des rejets a porté sur la concentration totale en nombre en particules submicroniques (CPC 3007), la granulométrie en nombre dans la gamme 0,5 – 20 µm (granulomètre APS), le prélèvement par le porte-filtre MPS pour analyse par microscopie électronique à transmission (MET).

La Figure 44 illustre la manière avec laquelle le matériel a été connecté au tuyau d'évacuation des dispositifs de fabrication additive. Un répartiteur (« flow splitter ») a été mis en place en sortie du dispositif de filtration des effluents. Ce système permet de distribuer le flux d'air prélevé vers les différents appareils de mesure (CPC, APS, MPS).

Thème

Emission canalisée

#1 #1 bis

Concentrations en particules



Mesures, instruments et point de mesure correspondant

- | | | |
|--|----|--------|
| (1) Concentration en nombre en temps réel
CPC3007 | #1 | #1 bis |
| (2) Granulométrie
APS | #1 | #1 bis |
| (3) Microscopie électronique
Mini Particle Sampler (MPS) et JEOL 1400 | #1 | #1 bis |

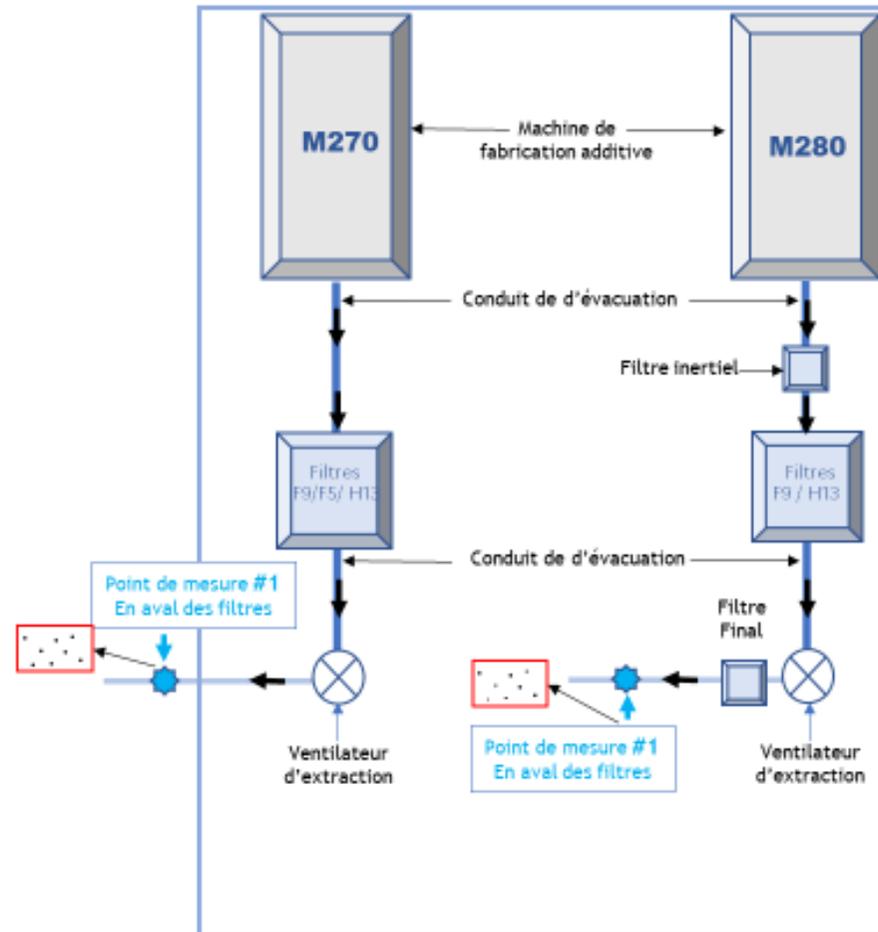


Figure 93 : Plan de l'installation du partenaire 6 avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.

6.4.1.3. Précisions sur ces machines de fabrication additive et dispositifs de filtration

La machine M270 (EOS 270) est équipée d'un caisson de filtration contenant trois modules de filtration présentés sur la Figure 95 à savoir un filtre de type F5, un filtre F9 et un filtre H13. Ce dernier filtre est celui dont l'efficacité de filtration est la meilleure ; il est placé en dernier, afin d'être protégé et de parfaire la filtration. Ceci explique une durée d'utilisation plus importante. On accède à la zone contenant les filtres, par ouverture d'une porte (Figure 95) Une particularité de cette zone est qu'elle sert de lieu de passage des effluents, ce qui provoque des dépôts de matière sur les surfaces. L'ouverture de cette porte - nécessaire pour la maintenance des filtres - met donc l'opérateur en contact direct avec des dépôts de matière, ce qui engendre un risque d'émissions diffuses de particules dans les locaux de travail.

La machine M280 (EOS 280) est de conception plus récente. La structure du système de filtration est différente : la première étape ne repose plus sur un filtre mais sur un séparateur inertiel. On retrouve ensuite des médias de filtration de type F9 et H13. Cependant, la mise en œuvre présente des différences ; à titre d'exemple, les modules F9 et H13 sont imbriqués, ce qui n'est pas le cas pour la machine M270. Cette imbrication permet d'éviter le risque d'émissions diffuses évoqué dans le paragraphe précédent. Les dispositifs de filtration des deux machines sont équipés d'un système de contrôle de perte de charge permettant d'alerter l'utilisateur lorsqu'un changement de filtre est nécessaire.

Dans la configuration des essais, après filtration, les rejets de la M270 et de la M280 étaient respectivement à l'extérieur et à l'intérieur des locaux. Cette configuration a été modifiée par la suite et les rejets des deux machines ont été réalisés vers l'extérieur des locaux.

Lors des mesures, les filtres de la machine M270 avaient été changés plus récemment (77 h d'utilisation) que ceux de la M280 (cf. Tableau 18).

Machine	Système de filtration	1	2	3
EOS M270 Rejet à l'extérieur des locaux Mise en service 2006	Type de filtration :	F9	F5	H13
	Nombre d'heures d'utilisation des filtres au moment de la campagne de mesure	77	77	77
	Durée moyenne d'utilisation des filtres avant changement (en heure)	150	150	600
EOS M280 Rejet à l'intérieur des locaux Mise en service 2015	Type de filtration :	Séparateur inertiel	F9	H13
	Nombre d'heures d'utilisation des filtres au moment de la campagne de mesure	/	290	680
	Durée moyenne d'utilisation des filtres avant changement (en heure)	/	250-300	~1000

Tableau 18 : Caractéristiques des systèmes de filtration des deux machines



Filtre F5



Filtre F9



Filtre H13

Figure 94 : Photographie des trois systèmes de filtration équipant la machine M270

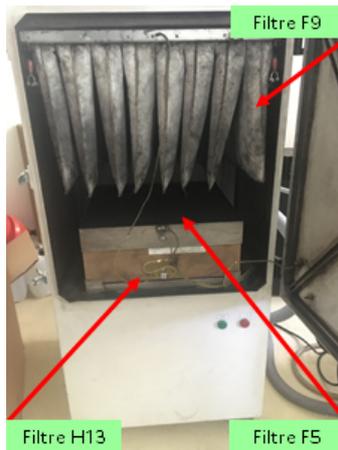


Figure 95 : Photographie de l'intérieur de l'unité de filtration de la M270



Figure 96 : Photographie des deux systèmes de filtration équipant la machine M280

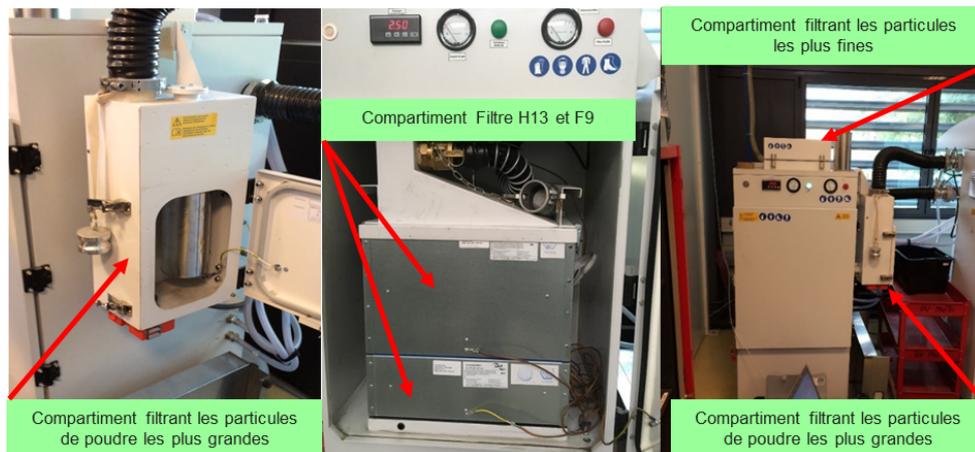


Figure 97 : Photographie de l'intérieur de l'unité de filtration de la M280

Les essais ont été menés lors d'une fabrication d'un objet (Figure 98). Afin de permettre la comparaison, les 2 machines ont fabriqué la même pièce, et de manière synchrone (à quelques minutes près). Lors du démarrage des mesures, les 2 machines étaient lancées depuis environ 42h chacune. Durant les 2h qui ont suivi, il s'est fabriqué environ 4 à 5 mm de pièce soit entre 100 et 125 couches (épaisseur de couche de 40 μ m). La Figure 98 montre l'exemple d'une couche fabriquée pendant les mesures ; les parties en vert correspondent à la pièce ; les quadrillages sont les supports de fabrication. La durée de réalisation d'une couche est d'environ 1 minute. Sur ces 4 à 5 mm, la géométrie des couches lasées est quasi constante.

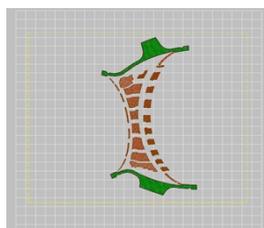


Figure 98 : Exemple de couche de production CAO

6.4.2. Présentation des résultats

La présentation des résultats ne revêt qu'un seul thème, celui des émissions canalisées après filtration.

6.4.2.1. Les émissions canalisées par la machine M270

Les rejets de la M270 sont canalisés à la sortie du dispositif de filtration à un conduit d'évacuation avant d'être rejeté à l'atmosphère.

La concentration observée entre 0,5 et 20 μm est particulièrement faible, avec des valeurs inférieures à 1 particule / cm^3 . A titre de comparaison, la valeur moyenne rencontrée en fond urbain dans cette gamme de taille est de 15 particules / cm^3 environ (valeur estimée à partir de [58]). Les émissions sont donc très modestes dans cette gamme de taille. La situation est différente pour les particules submicroniques (ie inférieures à 1 μm) (cf. Figure 99) car sans atteindre des niveaux de concentration typiques des émissions générées par une source de combustion au-delà de 10^6 particules / cm^3 [59] [60] la valeur moyenne de 9 700 particules / cm^3 environ est significative. Ce niveau mesuré est similaire voire légèrement supérieur à ceux rencontrés en site de « fond urbain » (7 300 particules / cm^3 environ, d'après Le Bihan et al [58]).

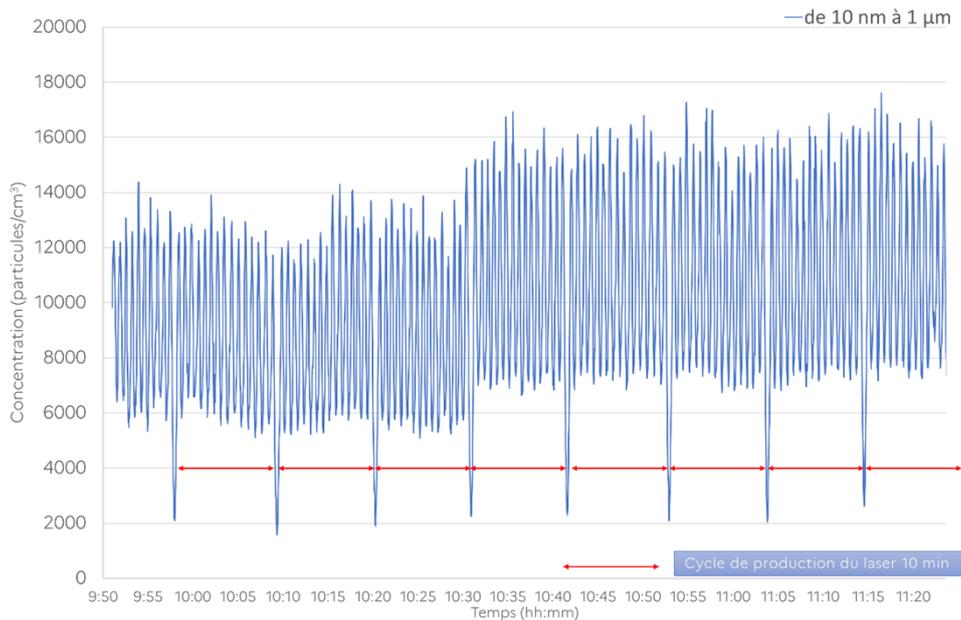


Figure 99 : Suivi temporel de la concentration en nombre (particules/cm³) en particules submicroniques mesurée par compteur CPC en phase de production sur la machine M270 – pas de temps de 2 s

On relève l'existence de fluctuations cycliques de la concentration ainsi que de deux phases distinctes (cf. Figure 99), dont on peut penser qu'elles ont pour origine le cycle de production (déplacement du laser, intensité, mise en place d'une nouvelle couche de poudre, etc.). La Figure 100 permet de regarder un peu plus en détail ces fluctuations. On relève un cycle court d'environ 45 s, et un cycle plus long de 11 minutes, qui correspondent bien selon l'opérateur à des caractéristiques de la production : le cycle court serait attribué à la réalisation d'une couche ; le cycle plus long correspondrait à la « prise de référence de la tête scanner » qui intervient toutes les 15 couches pour la M270 (ce qui est le cas sur cette figure).

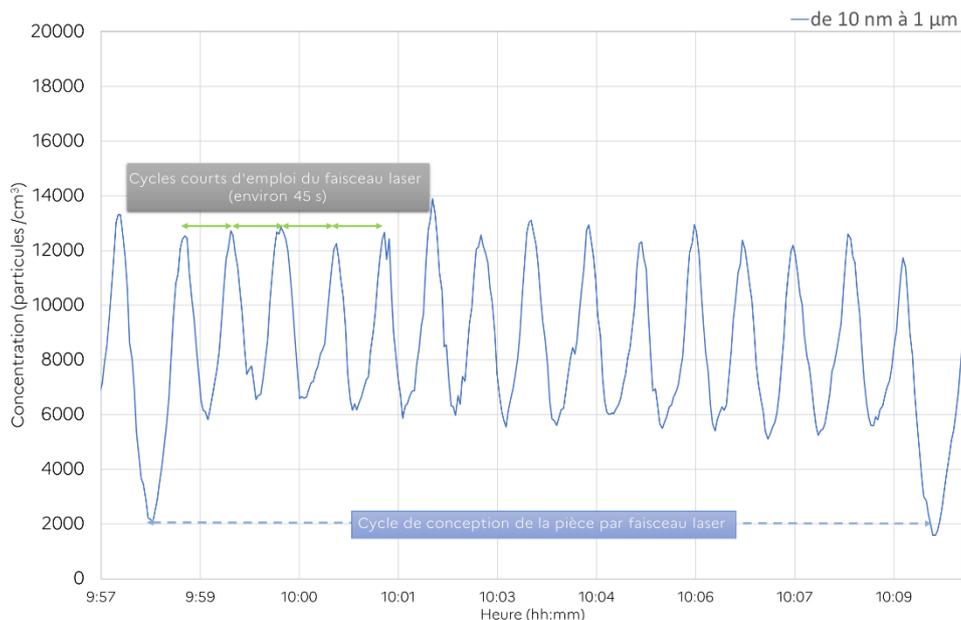


Figure 100 : Suivi temporel de la concentration en nombre (particules/cm³) en particules submicroniques mesurée par compteur CPC en phase de production sur la machine M270 – pas de temps de 2 s

Il est à noter que des suies ont été observées dans le dispositif, à la sortie du filtre (cf. Figure 101) ; elles pourraient provenir du dépôt d'une partie des particules détectées par le CPC. La présence de ces suies et les valeurs de concentration observées par CPC semblent contradictoires avec les performances d'un filtre de type H13. Le dispositif de filtration pourrait présenter un problème d'étanchéité au niveau du bloc de filtration H13.

L'INRS recommande (ED 6050 « les nanomatériaux manufacturés ») dans le domaine de la protection des personnes, des lieux de travail et de l'environnement, l'utilisation de filtres à fibres à très haute efficacité de classe supérieure à H13 selon la norme NF EN 1822-1. Pour les appareils de filtration mobiles la norme NF EN 60335-2-69 s'applique et des dispositifs de classe H doivent être utilisés.



Figure 101 : Dépôt de suies en sortie de filtre de la M270

Les résultats des prélèvements réalisés sur grille MET sont présentés respectivement sur la Figure 102.

Comme le montre la vue d'ensemble (Figure 102 (a)), les particules sont nombreuses. Cela se confirme à l'échelle de 2 µm, qu'il s'agisse du prélèvement le plus court (Figure 102 (a)). Cette observation est cohérente avec les mesures effectuées par CPC (Figure 99 et Figure 100) Par ailleurs, quel que soit le prélèvement, on ne trouve pas de particules au-dessus de 100 nm, cette observation confirme les résultats obtenus avec l'APS.

L'étude des différents clichés réalisés par microscopie électronique à transmission des particules collectées montre qu'elles se présentent sous la forme d'agrégats. Ces particules ont une taille

élémentaire se situant entre 10 et 30 nm (Figure 102 - (b) et (c)). Les agrégats ont une taille micrométrique.

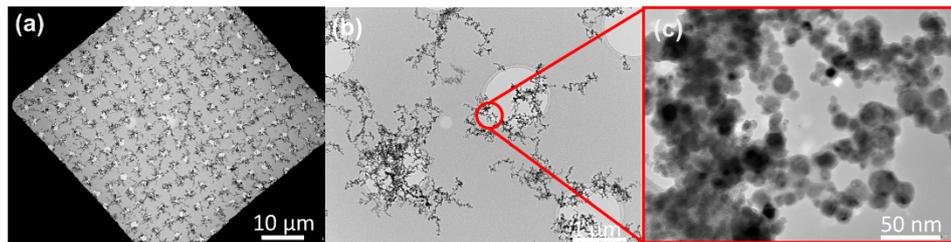


Figure 102 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit en aval du système de filtration de la M270. De nombreux agrégats micrométriques de particules sont observées (a et b) agrégats de nanoparticules (c)

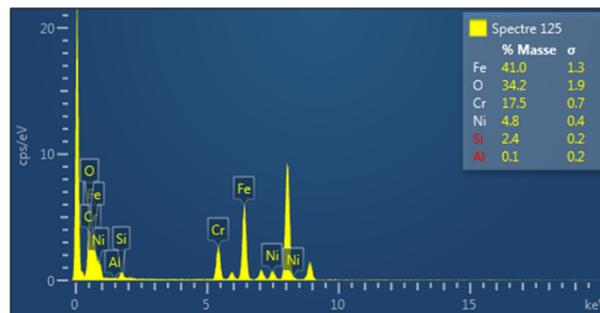


Figure 103 : Spectre EDX constitué de fer, chrome et nickel sous forme d'oxydes

L'analyse élémentaire montre des particules (agrégats) constituées par des métaux oxydés (fer, chrome et nickel) (Figure 103). Ces données sont en cohérence avec la composition de la poudre initiale, celle-ci étant dominée par ces trois éléments. En termes de granulométrie, ces effluents se situent en revanche à une échelle très inférieure (< 100 nm) à celle de la poudre initiale (15 – 63 µm).

6.4.2.2. Les émissions canalisées par la machine M280

Les rejets de la M280 sont canalisés à la sortie du dispositif de filtration à un conduit d'évacuation avant d'être rejeté à l'intérieur du local.

La concentration observée entre 0,5 et 20 µm est très faible, avec des valeurs inférieures à 2 particules /cm³. Cependant, elle présente une croissance pour laquelle nous n'avons pas d'explication à proposer.

Pour les particules submicroniques (ie inférieures à 1 µm), la concentration moyenne se situe à 97 particules / cm³ environ (soit environ 100 fois moins que dans les rejets de la machine M270). Il y aurait donc émission de particules submicroniques mais à un niveau de concentration plus faible. Cet état de fait est confirmé par les résultats de l'analyse MET, le microscopiste n'ayant relevé qu'une quantité minimale de particules.

En conclusion, nous considérons que les émissions canalisées observées à la sortie de la machine de fabrication additive M280 lors de la campagne de mesure, se situent à un niveau de concentration faible en particules.

Il conviendrait cependant par principe d'éviter que ces émissions se fassent à l'intérieur du bâtiment afin d'éviter une exposition des personnels. Cette exposition intervient lorsque la machine est en fonctionnement normal, mais aussi (potentiellement à un niveau supérieur) en fonctionnement dégradé.

Synthèse des résultats des machines de fabrication additive dans le cadre du projet CaRPE (campagne 2 – partenaire 6)

Emissions canalisées	<p>En aval des procédés de filtration de la machine M270, les concentrations en nombre de particules dans la gamme de taille sont :</p> <ul style="list-style-type: none"> • 10 nm < dp < 1 µm : concentration moyenne est de 10⁴ particules / cm³, cela reste peu élevé par rapport au fond urbain (7300 particules / cm³). Présence de particules sous la forme de chaînes (agrégats) ayant une taille de particules élémentaires se situant entre 10 et 30 nm. Les chaînes ont une taille micrométrique. • 0.5 µm < dp < 20 µm : concentrations très faibles < 1 particules / cm³ <p>En aval des procédés de filtration de la machine M280, les concentrations en nombre de particules dans la gamme de taille sont :</p> <ul style="list-style-type: none"> • 10 nm < dp < 1 µm : concentrations moyennes < 100 particules / cm³, cela reste un niveau de concentration très faible. • 0.5 µm < dp < 20 µm : concentrations très faibles < 1 particules / cm³
----------------------	---

Filtration	Pas d'accès au filtre
Emissions diffuses	
Exposition professionnelle non réglementaire	Les opérations de maintenance et de nettoyage ont été observées lors de la visite de site (5.3. Visite du site du partenaire 6). Celles-ci ont mis en évidence une potentielle exposition professionnelle et des émissions diffuses.

Tableau 19 : Synthèse de la campagne 2 – partenaire 6 - Fabrication additive

7. Opération de réduction des émissions

Dans le cadre de cette opération, seul le procédé de projection thermique du partenaire 2 a fait l'objet d'une expérimentation visant à réduire les émissions avec la mise place d'un panneau aspirant modulaire. L'objectif général de cette opération est de sélectionner, de mettre en place et d'évaluer 1 à 3 scénarios de modifications, permettant de tester des solutions de réduction des émissions.

Les actions sont de deux types :

1. Exploitation des potentielles pistes d'améliorations identifiées lors des campagnes 1 et 2, via les essais paramétriques : optimisation de captage et/ou traitement et optimisation procédé ;
2. Conception d'un nouveau captage sur une installation de projection thermique du partenaire 2. L'enjeu est la mise au point d'un dispositif de captage répondant aux exigences des partenaires industriels en matière d'efficacité et de versatilité, surtout en projection thermique. En effet, les pièces traitées ne sont jamais identiques en matière de géométrie et procédé utilisé. Il s'agit donc d'étudier les émissions dans différents cas et de concevoir un système de captage modulable, articulé pour s'adapter à la pièce à traiter pour réduire les émissions dans l'environnement proche de l'opérateur.

7.1. Définition de la stratégie

Dans les activités de projection thermique, le confinement du procédé est très important. L'injection du précurseur sous la forme de particules dans une source thermique et cinématique implique une dispersion de ces mêmes particules tout autour du procédé. Le rendement de projection des différents procédés de projection thermique est dans l'ensemble de 40 à 70 %. Cela implique une grande quantité de particules qui n'adhère pas sur le substrat et qui se retrouve donc dans l'environnement du procédé. C'est pourquoi les équipements sont placés dans des enceintes confinées soumises à une aspiration pour canaliser et évacuer ces particules vers un filtre avant un rejet extérieur.

Dans la grande majorité des cabines de projection, l'aspiration des particules s'effectue par l'intermédiaire d'un panneau aspirant (cas des partenaires) placé derrière le substrat, en face du jet de projection. Cependant en fonction de la vitesse des particules et de la géométrie de la pièce à revêtir, le fait de n'avoir qu'une seule conception de captage pour différentes opérations de projection, implique des efficacités de captation de ces particules différentes. Certaines entreprises possèdent des aspirations plus importantes tels que des sols ou des murs aspirants ce qui permet de meilleures efficacités de captation des particules mais qui nécessitent des installations plus puissantes et des coûts d'équipements de filtration assez onéreux.

Les études et analyses menées au sein de ce projet ont mis en évidence la problématique du panneau aspirant unique dans la captation des particules. En effet des dépôts des résidus de projection (poudre non adhérente lors de la projection) se retrouvent à l'intérieur de la cabine que ce soit au niveau du sol ou en hauteur sur les éléments des systèmes intégrés (robot, conduits d'aspiration, etc.). Les mesures effectuées lors des premières tâches ont bien mis en évidence la présence de nanoparticules générées par le procédé de projection thermique. Il est alors important de capter au maximum l'ensemble des résidus de poudre issus de ce procédé.

Une modification du captage des particules sur une installation de projections thermiques semble alors appropriée afin de diminuer la proportion de particules résiduelles à l'intérieur de la cabine. Pour cela, il faut prendre en compte la diversité des pièces pouvant recevoir un revêtement par projection thermique en termes de taille et d'encombrement. La stratégie consiste donc à modifier un panneau conventionnel fixe et rigide, pour le rendre adaptable et mobile avec la possibilité de s'adapter au couple géométrie de la pièce à revêtir / trajectoire du robot. Une fois le substrat mis en place et la trajectoire du robot programmée, le panneau d'aspiration va venir confiner la zone d'action (où seront émises les particules) pour l'encadrer au maximum et empêcher la dispersion des particules non adhérentes dans le reste de la cabine.

Cette stratégie de cloisonnement de la zone émissive en nanoparticules et autres particules micrométriques vise à limiter les zones d'échappatoire qui existent actuellement avec un panneau classique situé face au procédé. Le panneau se compose de plusieurs parties mobiles entre elles qui viennent se placer derrière et sur les côtés de la pièce à revêtir par les particules. L'objectif attendu est une meilleure captation des émissions sur une plus grande plage angulaire tout autour du substrat et donc de diminuer les résidus particuliers dans le reste de la cabine au contact de l'opérateur.

7.2. Campagne 3 - Partenaire 2 – Projection thermique

7.2.1. Présentation de l'installation avant modification et des points de mesure

7.2.1.1. Présentation de l'installation

L'installation où les mesures sont effectuées est présentée sur la Figure 105. Tout comme lors de campagne 2, une cabine de projection plasma sous air à pression atmosphérique (APS) est localisée dans un atelier proche d'une halle et un opérateur a la charge de la cabine 2.

A l'intérieur de celle-ci, il y a une torche plasma dirigée vers la pièce à traiter et un panneau aspirant les gaz et les particules.

Le flux de particules captées par ce panneau est acheminé par deux conduits de rejet vers des caissons de filtre différents avant d'être émis à l'atmosphère.

La Figure 104 ci-dessous présente le panneau aspirant existant. Celui-ci se compose de deux parties assemblées en forme de « V » fixes l'une par rapport à l'autre formant un angle de 170°.

Trois conduits sont reliés à ce panneau aspirant :

- 1 aspiration au centre connectée au filtre à cartouches n°2 ;
- 2 aspirations sur les côtés se regroupent en un conduit connecté au filtre à cartouches n°1.



Figure 104 : Cabine de projection thermique avec le panneau aspirant fixe

La différence avec le dispositif de la campagne 2 est donc que les deux conduits d'évacuation sont connectés à deux installations de filtration à cartouches distinctes au lieu d'une seule.

Un panneau de contrôle est placé à l'extérieur de la cabine et permet de contrôler la torche plasma. Le réservoir des poudres injectées dans la torche est également situé à l'extérieur.

Les caractéristiques des poudres sont présentées dans le Tableau 20 ci-dessous.

Poudres utilisées	Granulométrie	Composition	Débit d'injection
Ni-185 (Sous-couche)	45 µm	Nickel Aluminium	60 g / min

Tableau 20 : Poudres utilisées lors de la campagne partenaire 2

7.2.1.2. Présentation des points de mesure #1, #1 bis, #2 et #2 bis

Le dispositif mis en place pour réaliser les mesures dans cette campagne est très similaire à celui utilisé lors de la campagne 2.

La différence est qu'il y a deux conduits d'évacuation en amont (#2 et #2 bis) et en aval ((#1 et #1 bis) reliés à deux installations de filtres à cartouches distinctes n°1 et n°2.

Une buse de prélèvement est installée dans chacun des conduits #1, #1 bis, #2 et #2 bis pour y réaliser des mesures.

Dans chaque cas, la buse de prélèvement est reliée à un diviseur de débit connecté à tous les instruments. Comme précédemment, le prélèvement est réalisé dans les conditions les plus proches possibles de l'isocinétisme. Tout comme dans la campagne précédente, le prélèvement de particules dans un conduit est une opération délicate. Le prélèvement a cependant été réalisé de telle sorte que la vitesse de l'effluent soit celle en entrée du diviseur de débit pour respecter l'isocinétisme le mieux possible. La détermination des concentrations a été réalisées en restant au plus proche des contraintes normatives tout en s'adaptant à l'installation du partenaire 2 et aux durées de la projection thermique (< 10 minutes).

Le schéma de principe du dispositif est présenté sur la Figure 105.

Thèmes

Emission canalisée et filtration

#1 #2 #2 bis

Concentrations en particules

Mesures, instruments et point de mesure correspondant

(1) Efficacité de filtration Mesure par gravimétrie	#1	#2	#1 bis	#2 bis
(2) Concentration en nombre en temps réel APS, DMS 500 et SMPS	#1	#2	#1 bis	#2 bis
(4) Microscopie électronique Mini Particle Sampler (MPS) et JEOL 1400	#1	#2	#1 bis	#2 bis
(5) Concentration en masse totale Mesure par gravimétrie	#1	#2	#1 bis	#2 bis

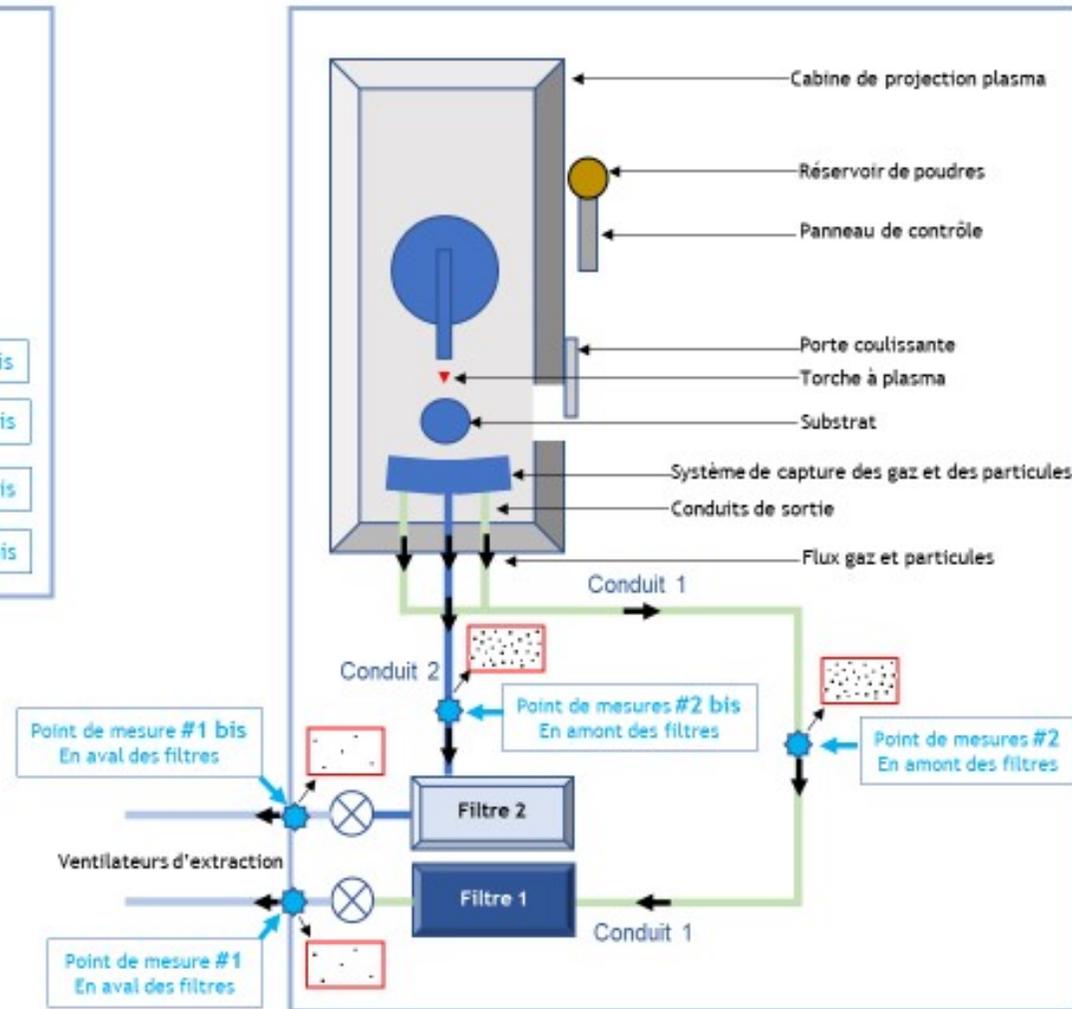


Figure 105 : Plan de l'installation avant modification avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.

7.2.2. Présentation de l'installation modifiée et des points de mesure

7.2.2.1. Présentation de l'installation

La conception du nouveau panneau aspirant s'effectue en deux temps. Le premier consiste en la mesure de la position de la table support où se trouve le porte-échantillon par rapport à la position du panneau aspirant actuel afin de faire des calculs aérauliques pour respecter les débits d'air et être conforme aux principes généraux de l'INRS (vitesse au point de captation et vitesse de circulation dans les réseaux). Ces actions ont été effectuées par le partenaire 4 notamment pour le calcul de la surface d'aspiration du panneau aspirant.

Le nouveau panneau aspirant (Figure 106) présente trois parties : une face au procédé de projection et deux autres orientées sur les côtés. Les ouvertures entre les lames composant le panneau d'aspiration ont été dimensionnées afin de respecter les mesures effectuées par le partenaire 4.

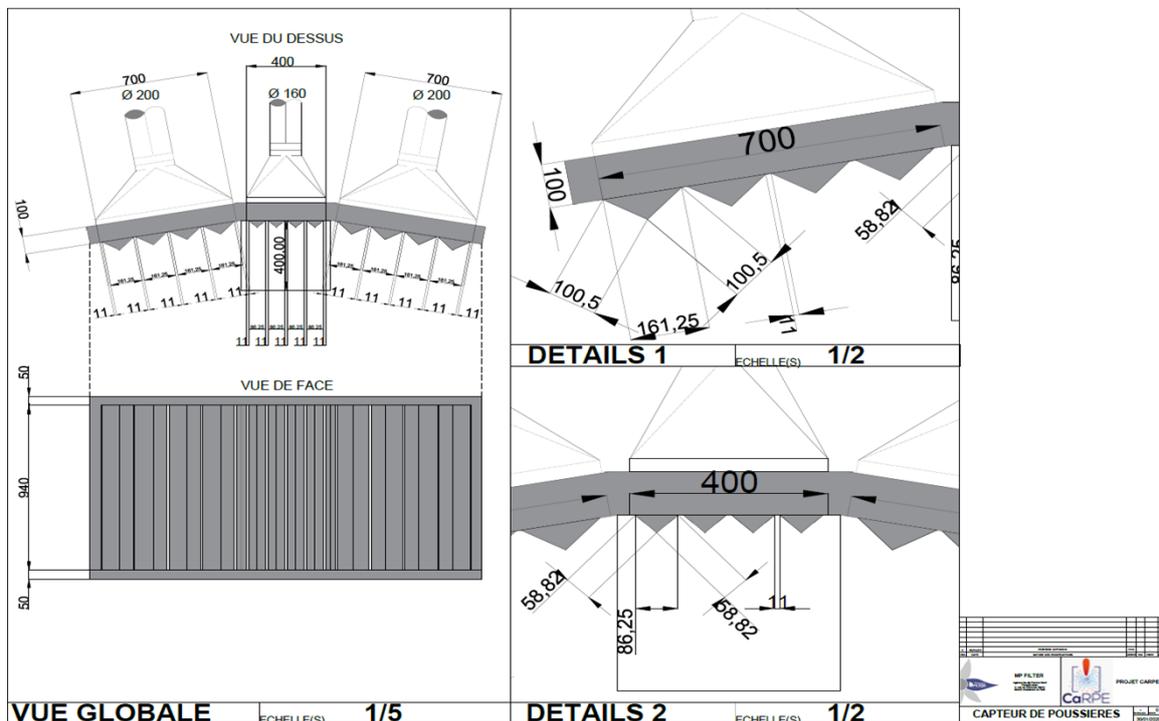


Figure 106 : Dimension du nouveau panneau aspirant

Cette première conception de panneau aspirant à ensuite été modifiée d'un point de vue pratique pour une application en projection thermique.

En effet cette première structure implique un panneau fixe (Figure 106) sans possibilité de l'ajuster à la dimension de la pièce à revêtir.

Également pour que ce panneau soit construit de manière simple, pratique et sans engendrer de coûts importants, le dimensionnement et le nombre de lames a été ajusté sans modifier la surface d'aspiration calculée par le partenaire 4.

Un dernier point important a été d'ajouter la mobilité entre les trois parties du panneau afin de pouvoir les orienter les unes par rapport aux autres dans l'objectif de confiner au maximum la zone de travail du procédé de projection et la captation des particules.

Enfin, des charnières ont donc été ajoutées à l'intersection des différentes parties pour orienter plus ou moins les deux volets des côtés (Figure 107).

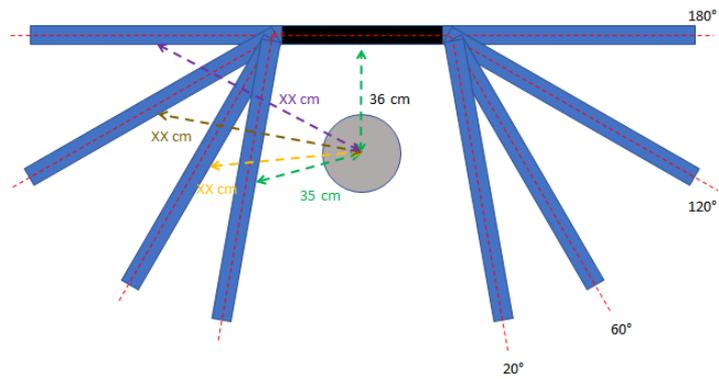


Figure 107 : Angles des caissons aspirants latéraux

L'ensemble des éléments composant ce nouveau panneau aspirant ainsi que les conduits permettant les connexions existantes à l'intérieur de la cabine de projection ont été achetés par l'intermédiaire de ce projet. Les montages et usinages du panneau ont été réalisés par les personnels du partenaire 2.

La Figure 108 ci-dessous présente ce nouveau panneau aspirant qui va servir à la stratégie d'optimisation de la captation des particules. Celui-ci se compose de 3 parties distinctes assemblées en forme de « U » mobiles pour les deux parties de côtés pouvant former un angle de 180° à 30°.

Trois conduits sont connectés à ces 3 caissons aspirants :

- 1 aspiration au caisson du centre connectée au filtre à cartouches n°1 ;
- 2 aspirations sur les deux caissons orientés sur les côtés se regroupent en un conduit connecté au filtre à cartouches n°2.

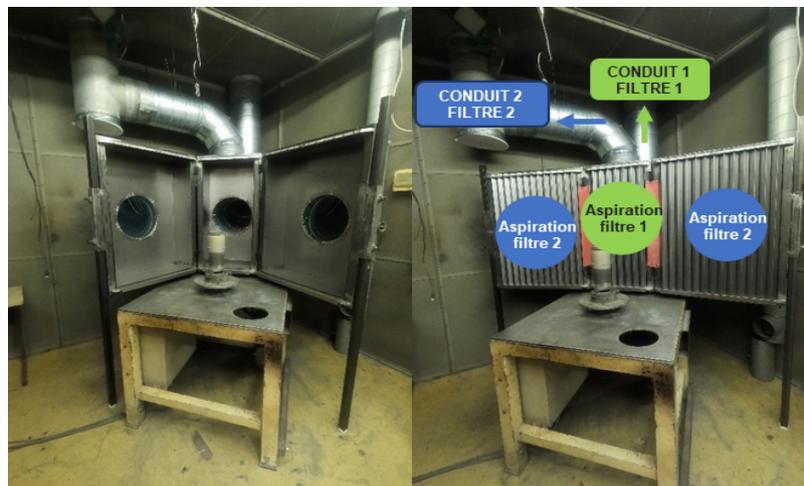


Figure 108 : Mise en place du nouveau panneau aspirant

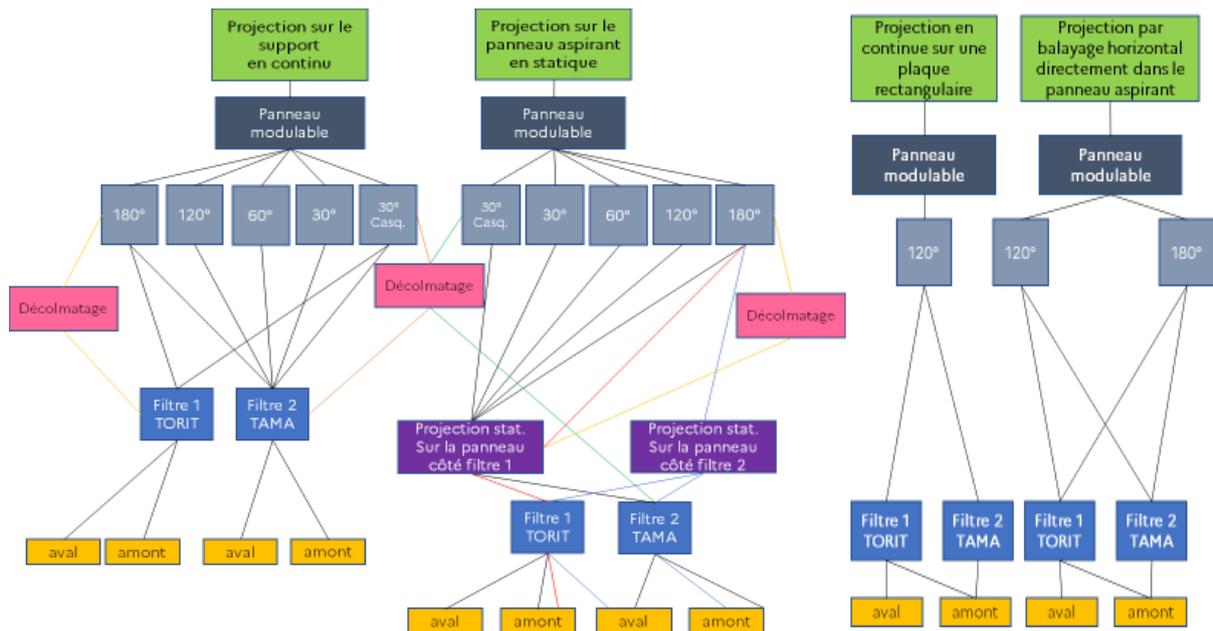


Figure 109 : Organigramme des différents essais réalisés

Seuls les essais à 180 ° et 30 sont présentés dans ce rapport. Les essais effectués aux autres angles ont également été réalisés sans apporter d'informations complémentaires.

La poudre utilisée est identique à celle de l'installation avant modification.

7.2.2.2. Présentation des points de mesure #1, #1 bis, #2 et #2 bis

Le dispositif mis en place pour réaliser les mesures sur cette installation après modification est identique à celui utilisé sur l'installation avant modification.

Cependant la connexion du nouveau panneau aspirant aux trois conduits d'aspiration des filtres à cartouches 1 et 2 a été inversé à la suite de la modification.

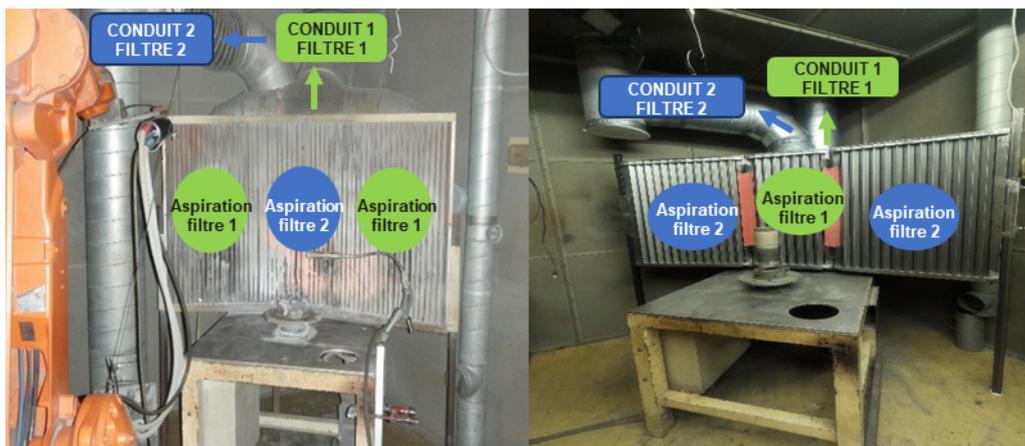


Figure 110 : Connexion des panneaux aspirants aux conduits des filtres avant et après modification

Thèmes

Emission canalisée et filtration

#1 #2 #2 bis

Concentrations en particules



Mesures, instruments et point de mesure correspondant

(1) Efficacité de filtration Mesure par gravimétrie	#1	#2	#1 bis	#2 bis
(2) Concentration en nombre en temps réel APS, DMS 500 et SMPS	#1	#2	#1 bis	#2 bis
(4) Microscopie électronique Mini Particle Sampler (MPS) et JEOL 1400	#1	#2	#1 bis	#2 bis
(5) Concentration en masse totale Mesure par gravimétrie	#1	#2	#1 bis	#2 bis

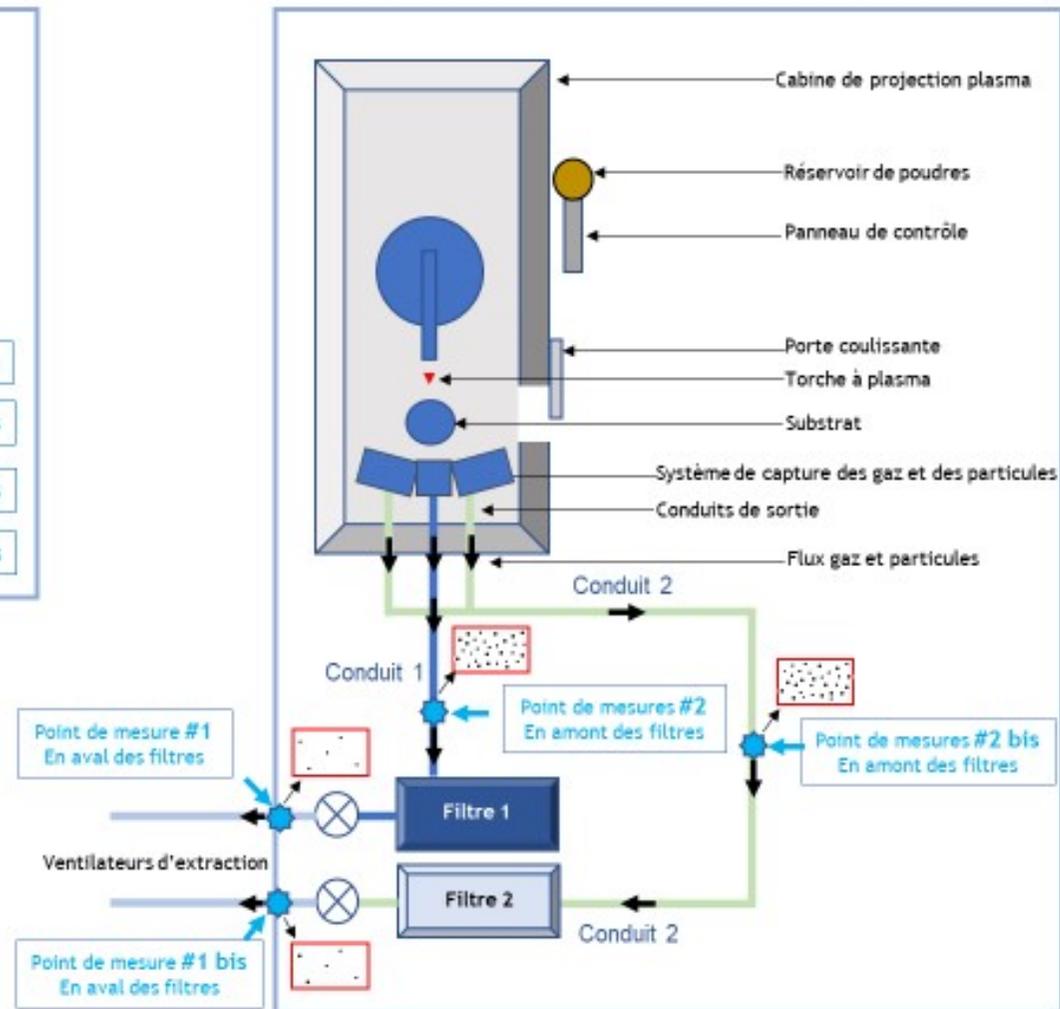


Figure 111 : Plan de l'installation après modification avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.

7.2.3. Présentation des résultats de l'installation avant modification

La présentation des résultats se regroupe selon le thème (voir Figure 105) :

- Les émissions canalisées et la filtration

7.2.3.1. Les émissions canalisées et la filtration

7.2.3.1.1. Concentrations en nombre

	Filtre 1		Filtre 2	
	500 nm à 20 µm	10 nm et 100 nm	500 nm à 20 µm	10 nm et 100 nm
Ouverture à 180 °	Nombre de particules / cm ³			
En amont du filtre	70	0,6x10 ⁸	510	1,9x10 ⁸
En aval du filtre	< 2	70	< 2	25

Tableau 21 : Concentrations en nombre de particules en amont et aval des installations de filtration avant modification du panneau aspirant

Les concentrations en nombre de particules en amont et en aval du procédé de filtration sont donc dominées par des particules nanostructurées. En aval, celles-ci sont restées très faibles par rapport aux campagnes 1 et 2.

7.2.3.1.2. Granulométrie

Les distributions en tailles dans les différentes configurations ont également été examinées grâce aux instruments APS et DMS 500. Les distributions en tailles obtenues avec l'APS sont présentées sur la

Figure 112. La distribution met en évidence une concentration en nombre de particules plus importante en amont de l'installation de filtration 2. En aval des filtres 1 et 2, il y a une baisse très significative de concentration due au système de filtration.

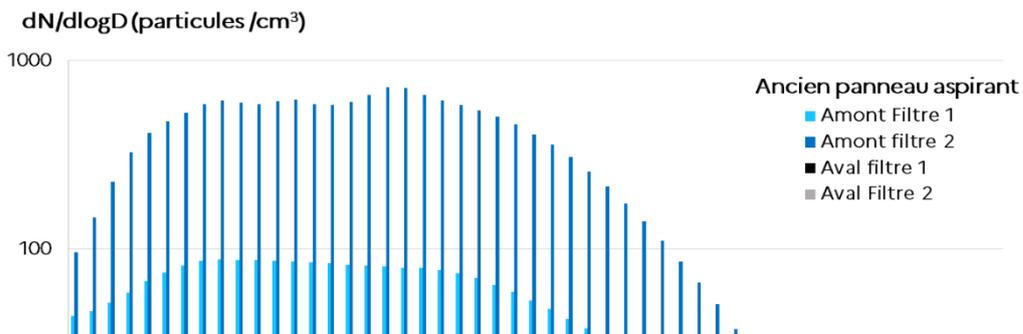


Figure 112 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine

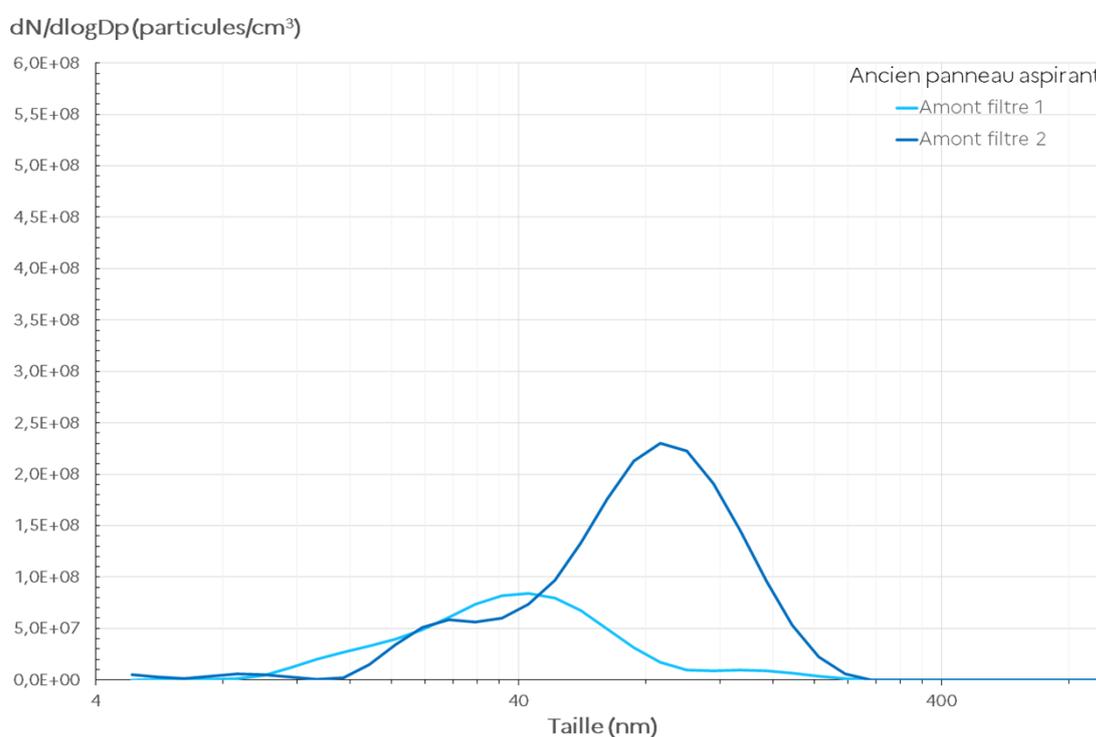


Figure 113 : Distribution en taille donnée par le DMS 500 (0.5- 1 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec l'ancien panneau aspirant

7.2.3.1.3. Microscopie électronique à transmission

Des prélèvements MPS ont été réalisés en amont des installations de filtration 1 et 2 dans les conduits 1 (point de prélèvement #2), 2 (point de prélèvement #2 bis) et en aval de l'installation de filtration 2 en sortie du conduit 2 (#1 bis). Des images des prélèvements MPS sur le conduit 1 sont présentées sur la Figure 114 et la Figure 118.

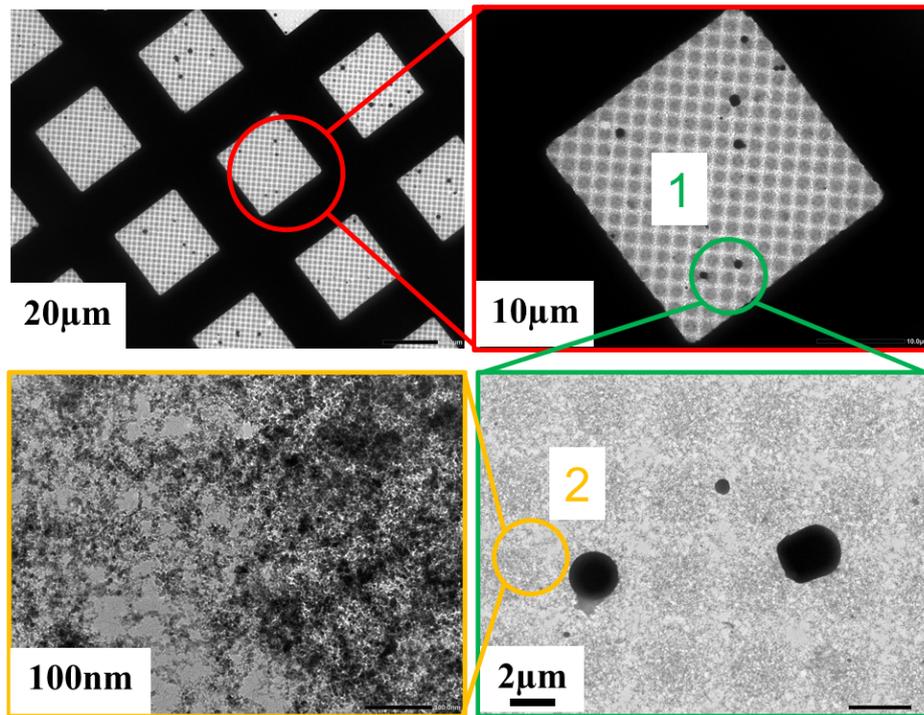


Figure 114 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en amont du système de filtration 1 TORIT (projection sur le cylindre). Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules

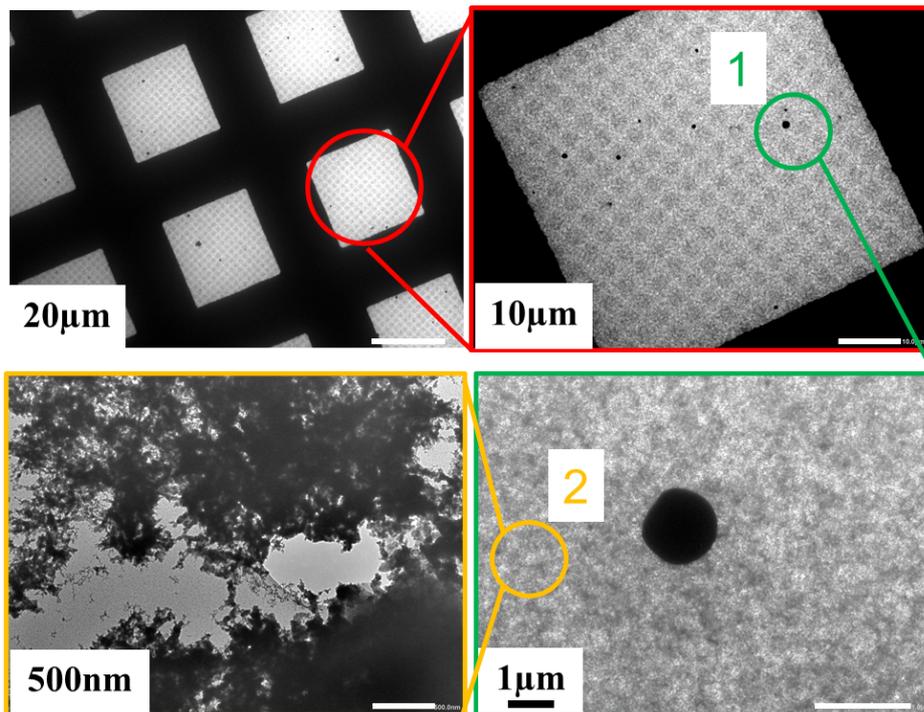


Figure 115 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en amont du système de filtration 1 TORIT (projection sur le panneau). Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules

Deux catégories de particules sont majoritairement observées lors de ces prélèvements. Tout d'abord, il y a des particules micrométriques sphériques. L'analyse EDX de ces particules révèle une composition de 92 % de nickel, 10 % d'oxygène et 3 % d'aluminium. Les particules micrométriques correspondent à des particules qui ont pénétrées le plasma sans être transformées. La seconde catégorie de particules est constituée d'agrégats de particules primaires nanométriques de taille d'environ 5-20 nm. La composition chimique élémentaire donne 97 % de nickel, 33 % d'oxygène et 3 % d'aluminium. L'analyse

des grilles révèle que les agrégats de nanoparticules sont largement plus nombreux que les particules micrométriques. Les nanoparticules dominent les grilles de prélèvement, ces particules sont visibles sur les grilles pour la raison suivante. En principe, la majorité des particules est déposée sur la pièce sur laquelle la projection plasma a lieu. Lorsque la torche plasma dépasse la pièce, toutes les particules sont collectées dans les conduits et celles-ci peuvent être observées en nombre comme sur la Figure 69.

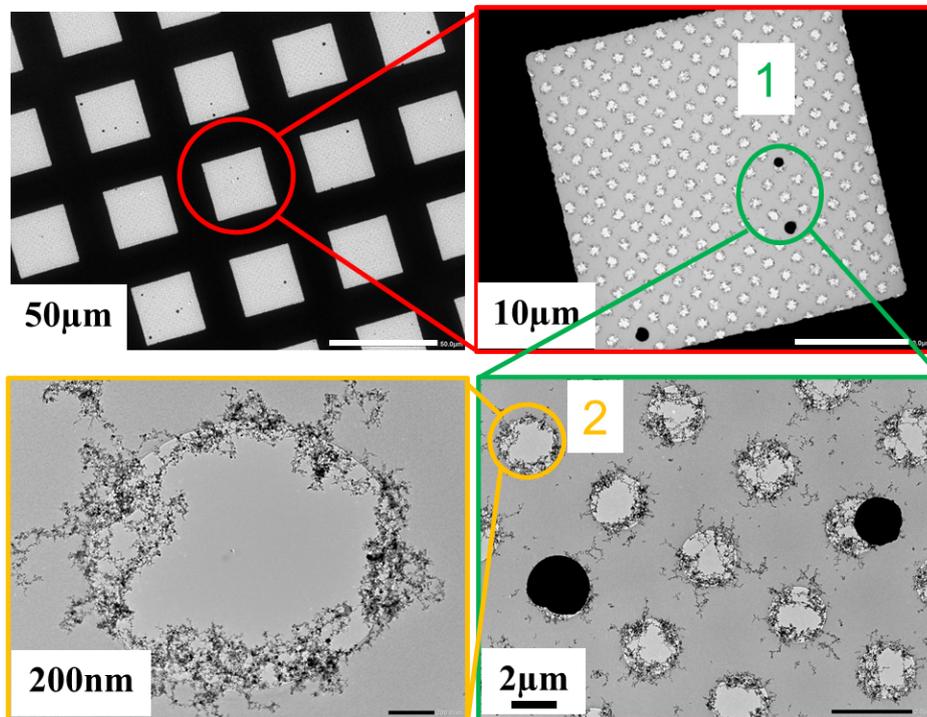


Figure 116 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en amont du système de filtration 2 TAMA (projection sur le cylindre). Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules

Les images des prélèvements réalisés en amont de l'installation de filtration 2 dans le conduit 2 sont présentées sur la Figure 119. Les catégories de particules sont identiques à celles collectées dans le conduit 1. En comparaison du conduit 1, il y a moins de particules. En effet, à temps de prélèvement égal, il y a moins de particules dans le conduit 2 que dans le conduit 1. Les compositions chimiques élémentaires des particules collectées sont quasiment identiques à celles du conduit 1, ainsi que pour les particules micrométriques (1). L'analyse EDX de ces particules révèle une composition de 81 % de nickel, 14 % d'oxygène et 4,2 % d'aluminium. Pour les particules primaires nanométriques (2) de taille d'environ 5- 20 nm, l'analyse EDX de ces particules révèle une composition de 70 % de nickel, 29 % d'oxygène et 3,7 % d'aluminium. Les tailles des agrégats de nanoparticules sont comprises entre 200 nm à 2 μm et les particules primaires ont des diamètres de 10 nm environ.

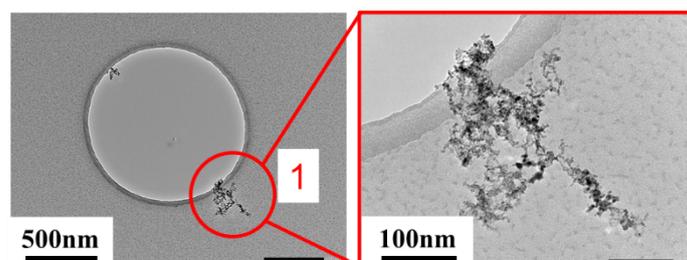


Figure 117 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en aval du système de filtration 2 TAMA (projection sur le panneau). Une catégorie de particules sont majoritairement observées (1) agrégats de nanoparticules

Enfin les images des particules collectées en aval du système de filtration 2 en sortie du conduit 2 sont présentées sur la Figure 117. Les familles de particules observées, leurs compositions chimiques élémentaires sont identiques à celles rapportées précédemment. Il y a nettement moins de particules sur la grille et les particules micrométriques sont très peu nombreuses, preuve de l'efficacité des filtres sur les particules micrométriques. Cependant, le système de filtration laisse passer de rares agrégats de nanoparticules (1).

7.2.3.1.4. L'efficacité de filtration

Pour l'évaluation de l'efficacité de filtration, la masse totale de particules a été mesurée en amont et en aval du caisson de filtres. Les masses totales ont été obtenues par prélèvement sur filtres. Les prélèvements sur filtres amont et aval ont été réalisés simultanément. Ainsi, l'efficacité de filtration a été évaluée en effectuant des prélèvements en amont et en aval pendant un cycle de projection sur le substrat. Les résultats sont résumés dans le Tableau 22.

	Filtre 1 – aval	Filtre 2 – aval	Filtre 1 – Amont	Filtre 2 – amont
Poussières TSP	Concentration en mg/m ³			
	0,6	0,4	4,6	14,4

Tableau 22 : Résultats des concentrations en poussières totales en suspension (TSP) en amont et aval du système de filtration

L'efficacité de filtration peut être calculée comme suit :

$$EF = \frac{\text{Concentration}_{\text{amont}} - \text{Concentration}_{\text{aval}}}{\text{Concentration}_{\text{amont}}} \times 100$$

Le calcul est effectué à partir des concentrations en amont et en aval. Il montre que l'efficacité de filtration est pour le filtre 1 est de 87 % et pour le filtre 2 de 97 %.

Cette valeur et la concentration en nombre de particules en aval des filtres dans la gamme de tailles 5nm – 1 µm reste faible comme indiqué précédemment (7.2.3.1.1 Concentrations en nombre).

7.2.4. Présentation des résultats de l'installation après modification

La présentation des résultats se regroupe selon le thème (voir Figure 111) :

- Les émissions canalisées et la filtration

7.2.4.1. Les émissions canalisées et la filtration

7.2.4.1.1. Concentrations en nombre

	Filtre 1		Filtre 2	
	500 nm à 20 µm	10 nm et 100 nm	500 nm à 20 µm	10 nm et 100 nm
Ouverture à 180 °	Nombre de particules / cm ³			
En amont du filtre	480	2,7x10 ⁸	150	2,3x10 ⁸
En aval du filtre	< 2	285	< 2	35
Ouverture à 30 °	Nombre de particules / cm ³			
En amont du filtre	450	2,7x10 ⁸	70	0,2x10 ⁸
En aval du filtre	< 2	258	< 2	30

Tableau 23 : Concentrations en nombre de particules en amont et aval des installations de filtration après modification du panneau aspirant dans deux configurations d'ouvertures

Comme pour l'ancien panneau aspirant, les concentrations en nombre de particules en amont et en aval du procédé de filtration sont donc dominées par des particules nanostructurées. En aval, les concentrations de celles-ci sont restées très faibles par rapport à celles des campagnes 1 et 2.

Dans les mêmes conditions d'essais (débit d'aspiration d'air pour les filtres 1 et 2, temps de projection, etc.), il apparaît que le nouveau panneau d'aspiration améliore la captation des particules d'environ un facteur 1,5 pour une ouverture de 30° et d'un facteur 2 pour une ouverture de 180°. Dans la configuration de cette projection, l'ouverture à 180° du nouveau panneau aspirant permet un meilleur captage que celui à 30°. Un travail sur ce point reste donc à mener (exemple : aérodynamique du panneau, etc.). Enfin, ce panneau aspirant permet une modularité (position des panneaux latéraux) selon les configurations de projection ainsi que la position et le format de la pièce de travail.

7.2.4.1.2. Granulométrie

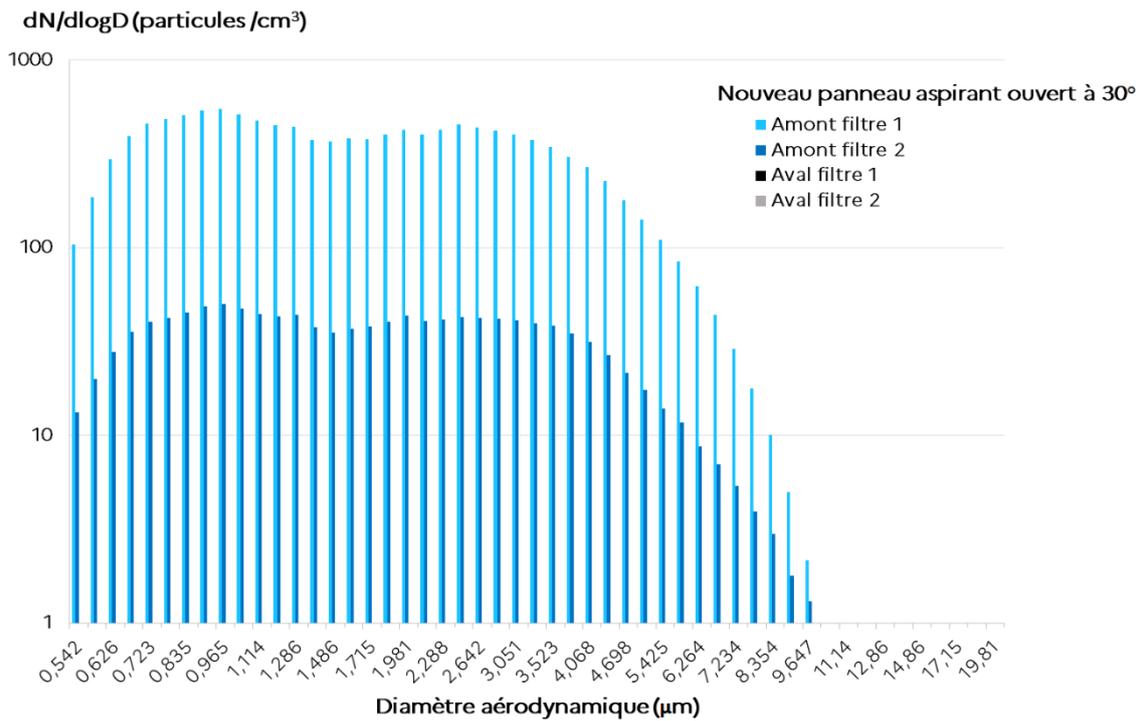


Figure 118 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 30°

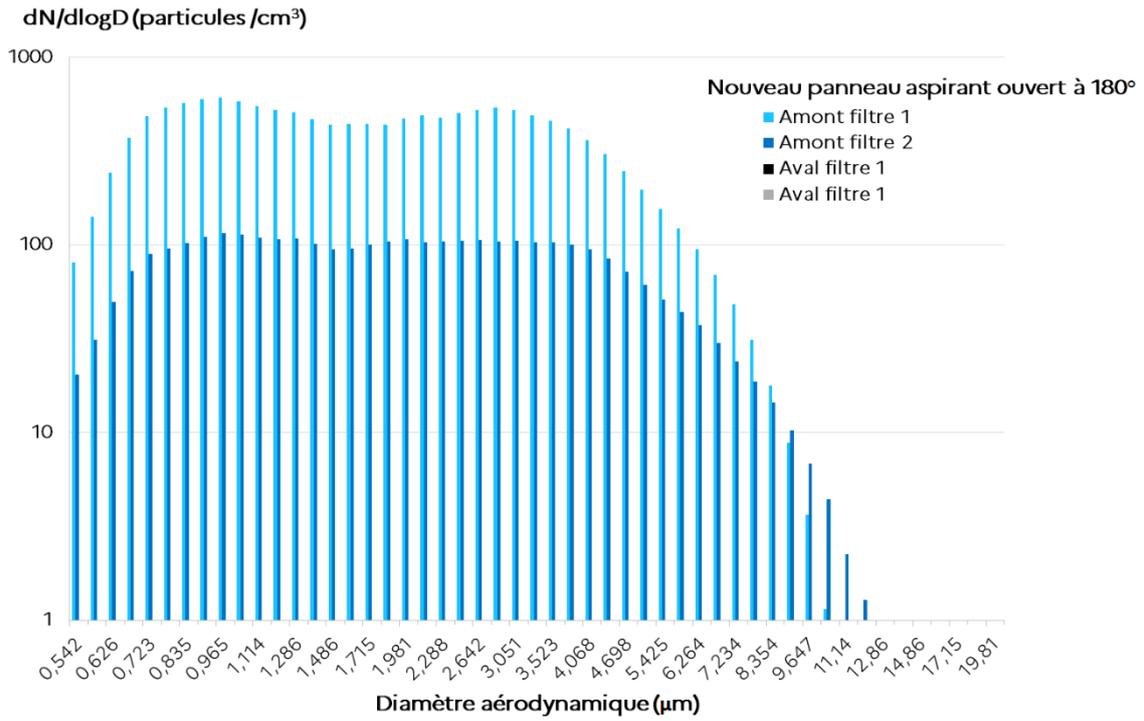


Figure 119 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 µm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°

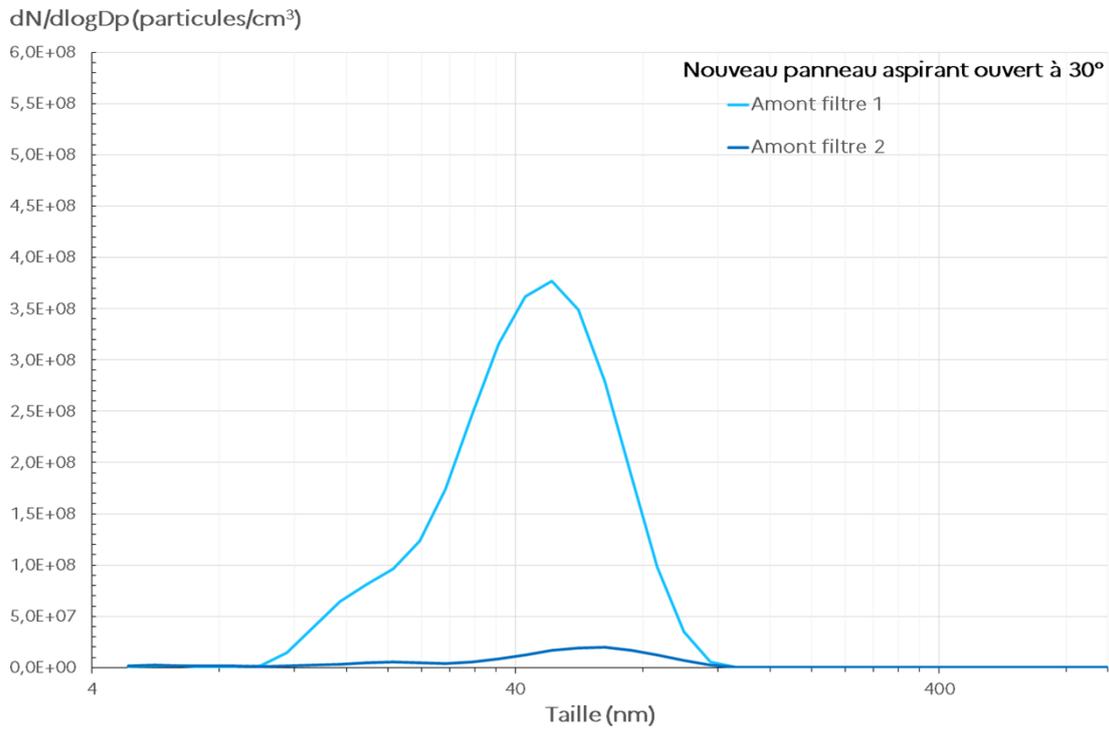


Figure 120 : Distribution en taille donnée par le DMS 500 (0.5- 1 µm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°

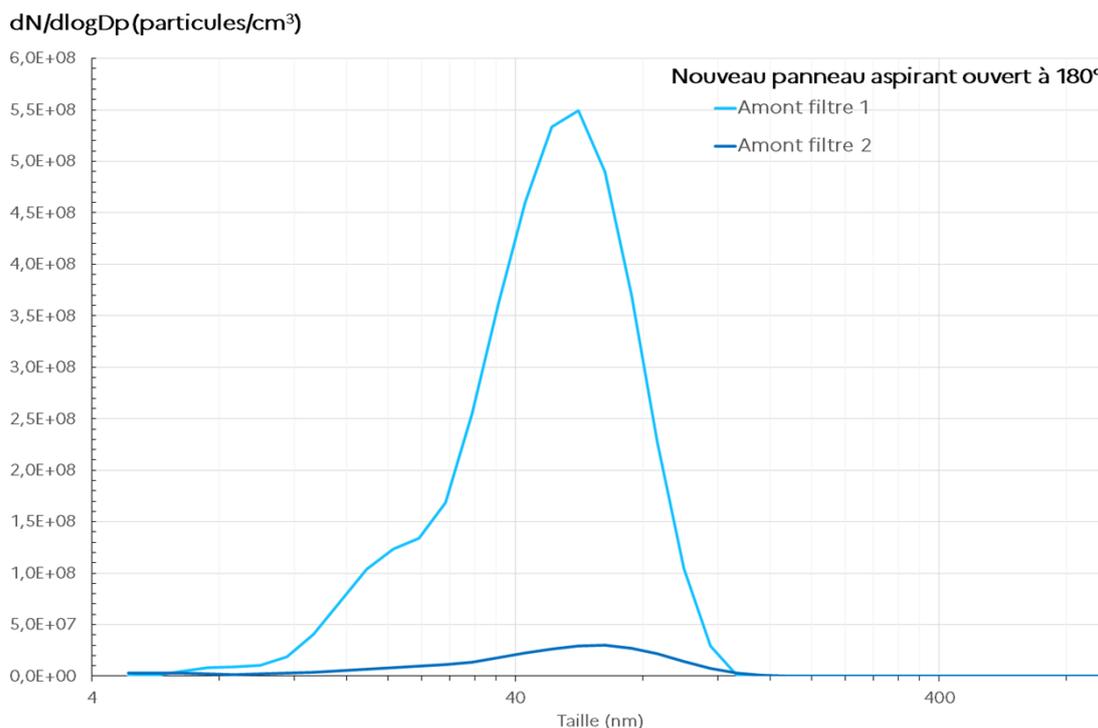


Figure 121 : Distribution en taille donnée par le DMS 500 (0.5- 1 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°

7.2.4.1.3. Microscopie électronique à transmission

Des prélèvements MPS ont été réalisés en amont des installations de filtrations 1 et 2 dans les conduits 1 (point de prélèvement #2), 2 (point de prélèvement #2 bis) et en aval de l'installation de filtration 2 en sortie du conduit 2 (#1 bis). Les observations de ces prélèvements sont identiques à celles-ci réalisées avant modification du panneau aspirant (Cf : 7.2.3.1.3).

7.2.4.1.4. Performance des revêtements

Observations des performances avec le nouveau panneau d'aspirant ouvert à 30°

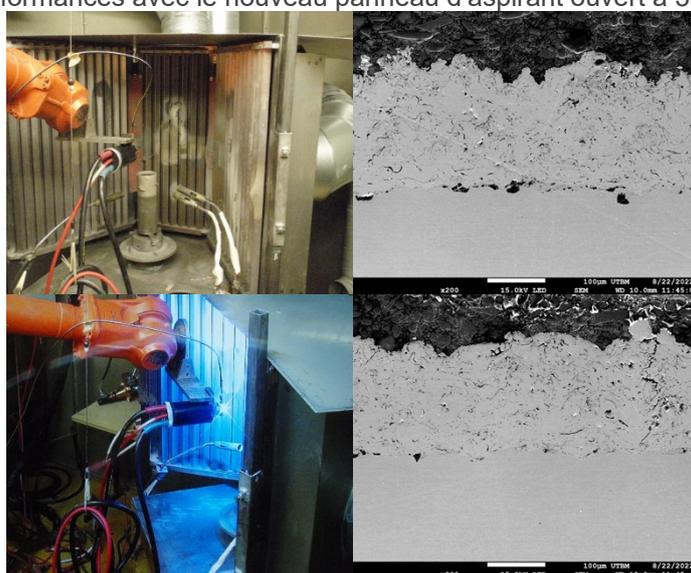


Figure 122 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°

Observations des performances avec le nouveau panneau d'aspirant ouvert à 180°

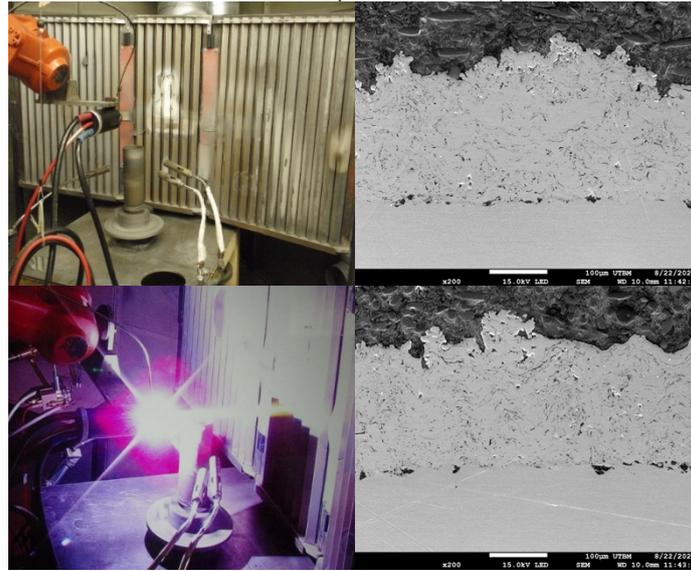


Figure 123 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 µm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°

L'évaluation des revêtements réalisés n'indique pas de modification de leur qualité, l'épaisseur et le rendement sont identiques. La proportion de porosité et d'oxydation est inchangée.

7.2.4.1.5. L'efficacité de filtration

Pour l'évaluation de l'efficacité de filtration, la masse totale de particules a été mesurée en amont et en aval du caisson de filtres. Les masses totales ont été obtenues par prélèvement sur filtres. Les prélèvements sur filtres amont et aval ont été réalisés simultanément. Ainsi, l'efficacité de filtration a été évaluée en effectuant des prélèvements en amont et en aval pendant un cycle de projection sur le substrat. Les résultats sont résumés dans le Tableau 22.

	Filtre 1 – aval	Filtre 2 – aval	Filtre 1 – Amont	Filtre 2 – amont
Poussières TSP	Concentration en mg/m ³			
	0,5	0,5	26,1	21,1

Tableau 24 : Résultats des concentrations en poussières totales en suspension (TSP) en amont et aval du système de filtration

L'efficacité de filtration peut être calculée comme suit :

$$EF = \frac{Concentration_{amont} - Concentration_{aval}}{Concentration_{amont}} \times 100$$

Le calcul est effectué à partir des concentrations en amont et en aval. Il montre que l'efficacité de filtration est de 98 % pour les filtres 1 et 2.

Cette valeur semble satisfaisante et la concentration en nombre de particules en aval des filtres dans la gamme de tailles 5nm – 1 µm reste faible comme indiqué précédemment (6.2.2.1.17.2.4.1.1 Concentrations en nombre).

Synthèse des résultats de la projection thermique plasma sous air à la pression atmosphérique dans le cadre du projet CaRPE (campagne 3 – partenaire 2)

Ancien panneau aspirant

	Conduit du filtre 1		Conduit du filtre 2	
	500 nm à 20 µm	10 nm et 100 nm	500 nm à 20 µm	10 nm et 100 nm
Ouverture à 180 °	Nombre de particules / cm ³			
En amont du filtre	70	0,6x10 ⁸	510	1,9x10 ⁸
En aval du filtre	< 2	70	< 2	25

Nouveau panneau aspirant

	Conduit du filtre 1		Conduit du filtre 2	
	500 nm à 20 µm	10 nm et 100 nm	500 nm à 20 µm	10 nm et 100 nm
Ouverture à 180 °	Nombre de particules / cm ³			
En amont du filtre	480	2,7x10 ⁸	150	2,3x10 ⁸
En aval du filtre	< 2	285	< 2	35
Ouverture à 30 °	Nombre de particules / cm ³			
En amont du filtre	450	2,7x10 ⁸	70	0,2x10 ⁸
En aval du filtre	< 2	258	< 2	30

Emissions canalisées

Les concentrations en nombre de particules en amont et en aval du procédé de filtration sont donc dominées par des particules nanostructurées. En aval les concentrations de celles-ci sont restées très faibles par rapport à celles des campagnes 1 et 2.

Dans les mêmes conditions d'essais (débit d'aspiration d'air pour les filtres 1 et 2, temps de projection, etc.), il apparaît que le nouveau panneau d'aspiration améliore la captation des particules d'environ un facteur 1,5 pour une ouverture de 30° et d'un facteur 2 pour une ouverture de 180°.

Dans la configuration de cette projection, l'ouverture à 180° du nouveau panneau aspirant permet une meilleure captation que celle à 30°. Un travail sur ce point reste donc à mener (exemple : aérodynamique du panneau, etc.). Enfin ce panneau aspirant permet une modularité (position des panneaux latéraux) selon les configurations de projection ainsi que la position et le format de la pièce de travail.

Filtration

L'efficacité de filtration dans les différentes configurations est comprise entre 87 % et 98% en poussières totales en suspension.

Le suivi de la concentration en nombre de particules en fonction du temps n'indique pas un nombre élevé de particules nanostructurées (Cf : émissions canalisées).

Les séquences de décolmatage des filtres ont été réduites lors des essais. A la suite de celles-ci, des pics de concentrations en nombre de particules dans la gamme (10 nm à 100 nm) ont été mesurés en aval des filtres lors des premiers instants de projection (5x10⁴ particules / cm³) qui suivent le décolmatage.

Tableau 25 : Synthèse de la campagne 3 – partenaire 2 – Projection thermique à plasma sous air à pression atmosphérique

8. Discussion des résultats / pistes d'amélioration

Dans ce chapitre, les résultats des campagnes sont discutés et des pistes d'amélioration pour la réduction des émissions sont évoquées.

8.1.1. Projection thermique

Pour mémoire, l'installation du partenaire 4 est constituée d'une projection thermique plasma. En ce qui concerne les **émissions canalisées** du procédé utilisé par le partenaire 4, nous avons observé que la granulométrie (micrométrique) de la poudre métallique utilisée est transformée lors de la projection, donnant naissance à des particules de tailles nanométriques et submicroniques. Ceci est bien mis en évidence par le test de pulvéulence. L'aérosol est très largement dominé par une structure nanométrique (cf. microscopie) et des particules micrométriques sont également observées. La composition de ces particules reprend les mêmes éléments que la composition de la poudre initiale. On retrouve notamment l'élément majoritaire, l'aluminium, désormais sous une forme oxydée. La concentration en nombre de particules nanostructurées est particulièrement importante en amont (environ 10^9 particules/cm³) et reste élevée en aval (environ 5×10^6 particules/cm³) lors des phases de projection. L'ensemble de ces observations est en cohérence avec l'étude citée en référence [20].

Concernant la **filtration**, les mesures en amont et en aval du caisson de filtre ont permis de déterminer son efficacité. Si l'on considère la concentration en masse, on relève une efficacité de filtration supérieure à 90%. Cette valeur est élevée, même si pour sa part l'étude [20] rapporte des résultats de l'ordre de 99,8% (concentration massique et totale en nombre). En revanche, il est important de noter que les niveaux de concentration en nombre en aval restent significatifs. Il semble donc pertinent de s'interroger sur l'efficacité des systèmes de filtration pour les concentrations de particules nanostructurées. La concentration en masse (TSP) en aval est de $\sim 2,6$ mg/m³ là où l'installation étudiée par les auteurs de l'étude [20] présente une concentration se situant entre 0,05 et 0,2 mg/m³. De même, la concentration en nombre en aval reste supérieure à 10^6 particules/cm³. L'aérosol est majoritairement nanostructuré et composé des métaux des poudres initiales sous forme oxydée. Il est à noter que cet aspect fait l'objet d'une vigilance grandissante, notamment dans le domaine de l'exposition des travailleurs par inhalation où une réflexion est en cours sur le noir de carbone nanostructuré [61] mais aussi par évaluations biologiques et atmosphériques des métaux en projection thermique [62]. D'autre part, les procédés de projection thermique des métaux produisent un nombre important de particules nanostructurées qui colmatent les dépoussiéreurs [48] ce qui pourrait réduire la capacité de captation des panneaux aspirants et potentiellement accentuer les émissions diffuses donc l'exposition professionnelle. Enfin, il a été mesuré lors de phase de projection faisant suite à des séquences de décolmatage de filtre, des pics de concentrations en nombre de particules dans la gamme (10 nm à 100 nm) en aval des filtres.

Les résultats obtenus lors de cette étude montrent que l'enceinte contenant le procédé constitue une source avérée en termes **d'émissions diffuses** (non maîtrisées et canalisées). Nous obtenons donc des résultats similaires aux résultats obtenus sur enceinte dans l'étude citée en référence [37]. L'importance de ces émissions dépendent pour beaucoup de la manière dont l'opérateur travaille. Notamment, l'ouverture de la porte de l'enceinte est un point critique : les mesures sur le point de proximité démontrent très clairement des pics de concentration lorsque l'opérateur entre dans l'enceinte. Les fluctuations de la concentration en nombre au niveau du point de proximité et du point de fond ne sont pas systématiquement expliquées. Les actions menées par ailleurs dans cette campagne ont montré le caractère nanostructuré des déchets de production, leur présence sur les parois de l'enceinte ainsi qu'au sol, à l'intérieur et à l'extérieur de l'enceinte. Le déplacement de l'opérateur, mais aussi le fait que le procédé mette en œuvre des débits d'air importants, peuvent provoquer une remise en suspension dans l'air de ces dépôts. Ces fluctuations sont également très probablement influencées par d'autres activités et tâches réalisées par d'autres opérateurs dans la halle industrielle (coactivité).

De manière générale, il convient de renforcer le captage des polluants à la source afin d'éviter autant que possible des zones dites « mortes » aérauliques dans lesquelles des concentrations particulières importantes pourraient s'accumuler [63] et [64].

Comme pour le partenaire 4, le procédé étudié chez le partenaire 2 est une torche plasma. Concernant **les émissions canalisées**, l'aérosol était dominé par des particules d'agrégats nanostructurés. La poudre de base est constituée d'un mélange de nickel et d'aluminium et l'aérosol nanométrique est dominé par des particules de nickel oxydées. Les agrégats ont des tailles de l'ordre de la centaine de nanomètre avec des particules primaires de 5 à 20 nm environ. L'aérosol mesuré en amont et en aval des filtres est majoritairement nanométrique. Les compositions chimiques en amont / aval sont identiques. Mais des particules micrométriques sont également retrouvées. Naturellement, les concentrations en particules sont moindres en sortie des filtres. La concentration en particules de tailles inférieures à 1 µm est d'environ 10⁴ particules / cm³ ce qui n'est pas négligeable sans être trop élevé (les études [34] et [35] indiquent un fond urbain dans cette gamme de taille à environ 8×10³ particules / cm³). Cependant, ces concentrations de particules sont des matériaux métalliques (oxydes de nickel, chrome et aluminium), il y a donc un risque chimique [11] et biologique [62] sous forme nanométrique.

L'efficacité de filtration calculée en utilisant les masses de poussières totales est supérieure à 95%. Mais comme précédemment, les concentrations en nombre en aval des filtres ne sont pas nulles quoique moindres que pour le partenaire 4. Chez le partenaire 2, il y a peu **d'émissions diffuses** près de la porte et dans l'air ambiant. En effet, les concentrations en nombre près de la porte sont très proches des valeurs de concentrations ambiantes mesurées sur site. L'exposition de l'opérateur à des particules fines est surtout prononcée si ce dernier pénètre dans la cabine.

La campagne de mesure chez le partenaire 4 (mais aussi chez le partenaire 2), et tout particulièrement la mesure sur un opérateur, montre une possible **exposition professionnelle** de l'opérateur à des niveaux de concentration en particules nanostructurées très élevés lors de son entrée dans la cabine mais aussi lors d'opérations de nettoyage provoquant une remise en suspension (utilisation du balai ou de l'air comprimé). Une très grande vigilance est donc recommandée afin de protéger l'opérateur. En conséquence, il faudrait privilégier l'utilisation d'aspirateurs dédiés certifié ATEX ou reliés au système canalisé de l'installation de filtration et de s'assurer de la bonne utilisation de cet appareillage (e.g. pas d'aspiration de pièces métalliques susceptibles de créer des étincelles). Pour l'utilisation d'appareils de filtration mobiles (aspirateurs industriels), l'utilisation de filtres à très haute efficacité est recommandée (cf. norme EN 60335-2-69). L'utilisation d'air comprimé pour nettoyer les pièces ou du balai est donc à proscrire. En fin de cycle de projection, il est également important de fixer et de respecter un temps minimal avant ouverture de la cabine (e.g. environ 10 min) (protection collective). L'équipement de protection collective (enceinte) étant doté d'un système de ventilation à haut débit, l'INRS recommande une attente de 6 [20] à 8 minutes [37] suivant le type d'installation et de production. Pour la protection de l'opérateur, l'INRS recommande le port d'équipements de protection respiratoire (port d'appareils isolant à adduction d'air ou autonomes, par exemple) avec média de filtration de type P3 pour toute personne évoluant dans le voisinage de la source. Il est également important de s'assurer du fonctionnement continu de la ventilation d'extraction lors des différentes phases transitoires (ouverture cabine, accès en cabine, nettoyage etc.). Enfin, il est essentiel de mieux identifier la zone de travail (signalisation et délimitation, accès restreint etc.) et de mettre en place un vestiaire dédié permettant d'éviter la contamination des vêtements de ville par les vêtements de travail.

Les essais paramétriques qui ont consisté à évaluer l'influence de la modification des paramètres de projection à la source (granulométrie de la poudre et paramètre de la torche de projection) sur les émissions de particules révèlent qu'il est possible d'abaisser la concentration en nombre de particules entre 0,5 et 1 µm d'environ 27% à 75%. Pour la gamme de taille (1 µm – 20 µm), l'impact est moins significatif.

Dans le cadre de l'opération de réduction des émissions, les essais réalisés ont permis de mettre en évidence une amélioration de la captation des particules avec la mise en place d'un panneau modulaire aspirant. Ainsi, dans les mêmes conditions d'essais (débit d'aspiration d'air pour les filtres 1 et 2, temps de projection, etc.), il apparaît que le nouveau panneau d'aspiration mis en place améliore la captation des particules d'environ un facteur 1,5 pour une ouverture de 30° et un facteur 2 pour une ouverture de 180°.

Dans la configuration de cette projection, l'ouverture à 180° du nouveau panneau aspirant permet un meilleur captage que celui à 30° (environ d'un facteur 1,5). Enfin, ce panneau aspirant offre une modularité (position des panneaux latéraux) selon les configurations de projection ainsi que la position et le format de la pièce de travail.

Pour les procédés par torche à plasma à pression atmosphérique, les efficacités de filtration en poussières totales pour les émissions canalisées sont supérieures à 90%. Néanmoins, il a été constaté que des **particules nanostructurées** sont émises par ces procédés et rejetées dans l'environnement après les filtres, dans des quantités variables selon le procédé considéré pouvant atteindre jusqu'à des concentrations en nombre de l'ordre de 10^6 particules par cm^3 . La mise en place de dispositif de filtration adéquat à ce type de particules apparaît donc primordiale. Les essais paramétriques réalisés sur la torche à plasma influent sur l'émission de particules et pourraient être une piste d'amélioration pour la réduction des émissions. D'autre part, la captation des particules peut être améliorée avec la mise en place de panneaux aspirants modulables permettant de s'approcher au plus proche de la source. Des émissions diffuses hors de la cabine sont observées dans certains cas notamment lors de phases de nettoyage et de maintenance. L'utilisation d'aspirateurs dédiés certifié ATEX ou reliés au système canalisé de l'installation de filtration est donc à privilégier. Il convient d'autre part de s'assurer de la bonne utilisation de cet appareillage (e.g. pas d'aspiration de pièces métalliques susceptibles de créer des étincelles). Pour l'utilisation d'appareils de filtration mobiles (aspirateurs industriels), l'utilisation de filtres à très haute efficacité est recommandée (cf. norme EN 60335-2-69). L'utilisation d'air comprimé pour nettoyer les pièces ou du balai pour les sols est donc à proscrire. De plus, les procédés de projection thermique des métaux produisent un nombre important de particules nanostructurées qui colmatent les dépoussiéreurs. Il convient donc de veiller au décolmatage (perte de charge optimale) afin d'assurer une ventilation adaptée de la cabine. L'opérateur peut être exposé particulièrement lorsqu'il ne respecte pas les consignes telles que le temps d'attente d'un renouvellement d'air optimal avant d'entrer dans la cabine, ou l'utilisation d'équipements de nettoyage non adaptés (balais, air comprimé...). Par conséquent, le port d'équipements de protection respiratoire est recommandé pour toute personne évoluant dans le voisinage de la source. Enfin, il est essentiel de mieux identifier la zone de travail (signalisation et délimitation, accès restreint etc.) et de mettre en place un vestiaire dédié permettant d'éviter la contamination des vêtements de ville par les vêtements de travail.

8.1.2. Atomisation de poudre

Les concentrations en nombre sur la gamme de taille 5 nm à 20 μm sont très modestes (< 100 particules / cm^3) dans les **émissions canalisées**. De plus, l'analyse microscopique n'a pas révélé la présence de particules nanostructurées.

Aucune émission diffuse n'a été constatée en proximité de la tour d'atomisation. En revanche, l'opérateur peut être exposé. En effet, le dispositif est pourvu d'un cyclone et le démontage de celui-ci expose l'opérateur à une concentration en particules d'environ 10^6 particules / cm^3 sur une gamme de tailles allant de 10 à 700 nm. Dans ce procédé, les opérations de nettoyage et démontage sont donc les plus critiques.

Quelques pistes d'améliorations ont été suggérées pour réduire les émissions et les expositions. Un petit réceptacle a été mis en place de telle sorte que les poudres ne tombent pas au sol lors de l'ouverture de la tour d'atomisation. Il a été suggéré de réduire l'accès à la zone d'atomisation lors des opérations de nettoyage et de démontage afin d'éviter les expositions dites « passives ». Si l'opérateur est équipé d'un masque ventilé, le personnel non équipé présent dans la zone pourrait être exposé. Pour le démontage notamment du cyclone, il a été suggéré de réaliser si cela est possible le nettoyage à l'intérieur de la tour d'atomisation afin d'éviter le transfert de polluant et de contaminer d'autres zones par déplacement des éléments souillés par chariot, mais aussi de récupérer l'eau de nettoyage et les particules dans un bac de décantation liquide pour un meilleur confinement et de gestion des déchets. Enfin, il est essentiel de mettre en place un vestiaire dédié permettant d'éviter la contamination des vêtements de ville par les vêtements de travail.

Les émissions canalisées du procédé d'atomisation considéré dans cette étude restent modestes (< 100 particules par cm³). En proximité de la tour d'atomisation, aucune émission diffuse de particules dans les gammes de tailles 0,3 – 20 µm et 10 nm et 1 µm n'a été mesurée. Cependant, l'opérateur se trouve potentiellement exposé lors de tâches exposantes telles que les phases de nettoyage et de démontage. De plus, les observations qualitatives du transfert d'une partie du procédé pour le nettoyage créent une exposition indirecte vers d'autres opérateurs de la plateforme. Quelques pistes d'amélioration ont été suggérées pour réduire les émissions et les expositions. Un petit réceptacle a été mis en place de telle sorte que les poudres ne tombent pas au sol lors de l'ouverture de la tour d'atomisation. Il a été suggéré de réduire l'accès à la zone d'atomisation lors des opérations de nettoyage et de démontage afin d'éviter les expositions dites « passives ». Un personnel non équipé présent dans la zone pourrait être exposé. Pour le démontage notamment du cyclone, il a été suggéré de réaliser si cela est possible le nettoyage à l'intérieur de la tour d'atomisation afin d'éviter le transfert de polluant et de contaminer d'autres zones par déplacement des éléments souillés par chariots, mais aussi de récupérer l'eau de nettoyage et les particules dans un bac de décantation liquide pour un meilleur confinement et gestion des déchets. Enfin, il est essentiel de mettre en place un vestiaire dédié permettant d'éviter la contamination des vêtements de ville par les vêtements de travail.

8.1.3. Fabrication additive

Pour mémoire, le dispositif testé chez le partenaire 6 est constitué de deux machines à fabrication additive. Une campagne de mesure a été menée sur les émissions canalisées. Précédemment, des visites préliminaires (5.3. Visite du site du partenaire 6) avaient été réalisées pour des analyses des risques d'émissions diffuses et d'exposition potentielle de l'opérateur.

Pour la campagne de mesures canalisées, le même programme de fabrication a été assigné aux deux systèmes (même pièce, même matière première, même timing), ce qui rend possible la comparaison des performances de leurs systèmes de filtration. La machine M270 présente des émissions canalisées de particules inférieures à 0,1 µm (10⁴ particules / cm³). Leur structure est nanométrique. Leur composition élémentaire correspond aux trois espèces dominant la matière première utilisée par le procédé (Fe, Cr, Ni) : il s'agirait de métaux oxydés, issus du procédé. Le niveau de concentration est modéré mais néanmoins significatif (10⁴ particules / cm³ à comparer au fond urbain (8x10³ particules / cm³ [34] [35]). La machine M280 présente des émissions de particules dans toute la gamme de taille (micronique, submicronique), mais par contre à un niveau de concentration inférieure à celui de la M270 et en l'occurrence faible. Les deux machines sont équipées d'un dispositif de filtration. Toutes deux utilisent un filtre terminal de type H13. En revanche, les deux modèles ont été conçus par le même fabricant, mais à une époque différente. En l'occurrence, le modèle le plus ancien est le M270. Le niveau de concentration en sortie ainsi que la présence de salissures invitent à réfléchir à une vérification du système (éventuel problème d'étanchéité) voire à une amélioration. Des émissions diffuses ont pu être constatées lors des phases de nettoyage. Les visites préliminaires de terrain avaient mis en évidence de possibles émissions diffuses et la possible exposition de l'opérateur lors de l'ouverture de la chambre (5x10⁴ particules / cm³) pour récupérer les pièces et lors du nettoyage (> 6x10⁴ particules / cm³).

L'ensemble de ces expérimentations permet de mettre en avant quelques pistes d'amélioration pour mieux maîtriser les émissions canalisées et diffuses dans l'environnement de travail.

Pour les émissions diffuses et l'exposition professionnelle, les possibles pistes d'amélioration lors des phases transitoires sont les suivantes :

- L'utilisation d'aspirateurs industriels équipés de filtres à très haute efficacité HEPA/ULPA est recommandée (Cf. norme EN 60335-2-69). Les aspirateurs doivent être réservés uniquement aux opérations de dépoudrage / nettoyage de la pièce en fin de cycle de production et être réservés à l'application identifiée et au poste de travail dédié ;
- La mise en place d'une zone de travail (signalisation et délimitation, accès restreint, etc.) et d'un vestiaire dédié doit être pérennisée afin de limiter l'exposition des travailleurs et la dispersion de polluants ;
- Il est nécessaire de s'assurer de la continuité de la ventilation d'extraction en fonctionnement normal et particulièrement durant les différentes phases transitoires ;

- Selon la nature des poudres et leur granulométrie, la manipulation et le stockage peuvent faire l'objet de précautions particulières ;
- Confiner les procédés générateurs de poussière sous pression négative (dépression légère par rapport à la pression d'air à l'extérieur de l'espace confiné) ;
- Procéder à l'élimination des poussières en les captant au plus près de leur source d'émission avec un dispositif d'aspiration répondant aux principes généraux de ventilation (ex : captage à la source via un bras aspirant, hotte aspirante) ;
- Respecter scrupuleusement les bonnes pratiques de nettoyage :
 - Eviter de mettre en suspension la poussière :
 - Privilégier l'utilisation d'un aspirateur ATEX équipé d'un filtre haute efficacité ;
 - Prohiber l'utilisation de soufflettes (air comprimé).
 - Nettoyer régulièrement les surfaces afin d'éviter l'accumulation de dépôts.
- Eviter de verser de la poudre d'un contenant à un autre si la poudre émet des fines en quantités importantes. Réaliser les opérations de transvasement sous hotte ou boîte à gants.

Pour les émissions canalisées, il est important de pouvoir mieux appréhender les procédures mises en place pour la gestion des déchets issus des filtres, mais également de la vidange des aspirateurs. Il faut noter qu'il serait utile d'étudier la possibilité de parfaire la filtration des émissions de particules, par exemple en remplaçant le filtre terminal (de type H13) par un média de qualité supérieure (de type H14). Conformément aux bonnes pratiques HSE, il serait recommandé d'éviter tout rejet des émissions filtrées à l'intérieur des locaux de travail, ceci afin de limiter les risques d'exposition du personnel, notamment en cas de fonctionnement en mode dégradé.

Pour la maîtrise des risques ATEX, on pourra se reporter à l'ED 945 de l'INRS établi en collaboration avec l'Ineris ainsi qu'aux supports de présentation de la journée technique INRS / Ineris du 17/11/2020 dédiée aux risques ATEX : <https://www.inrs.fr/footer/actes-evenements/journee-technique-atex.html>.

Par ailleurs, le travail réalisé par l'Ineris dans le cadre du projet CaRPE (Fabrication additive) a contribué à l'élaboration d'un guide HSE pour la fabrication additive métallique dans le cadre de la commission UNM 920. Ce travail a abouti en juillet 2020 à la publication de la norme française expérimentale XP-E 67-006 « Fabrication additive — Sécurité, hygiène et environnement — Exigences liées aux matériaux métalliques » qui couvre les risques liés aux matériaux métalliques en fabrication additive sur l'ensemble de la chaîne de valeur. Elle a été élaborée sur la base des bonnes pratiques existantes tant dans le domaine de l'hygiène industrielle que de la prévention des risques d'explosion. Ce document accompagnera utilement les préventeurs HSE des petites et moyennes entreprises de la fabrication additive.

Les émissions canalisées par les machines de fabrication additive considérées dans cette étude restent modestes ($< 10^4$ particules par cm^3) et proches du fond urbain. Une potentielle exposition professionnelle et des émissions diffuses ont été mises en évidence lors des phases de nettoyage. La norme française expérimentale XP-E 67-006 couvre les risques liés aux matériaux métalliques en fabrication additive sur l'ensemble de la chaîne de valeur. Elle a été élaborée sur la base des bonnes pratiques existantes tant dans le domaine de l'hygiène industrielle que de la prévention des risques d'explosion. Pour la maîtrise des risques ATEX, on pourra se reporter au guide méthodologique de l'ED 945 de l'INRS établi en collaboration avec l'Ineris. Pour les émissions canalisées, il serait utile d'étudier la possibilité de parfaire la filtration des émissions de particules, par exemple en remplaçant le filtre terminal (de type H13) par un média de qualité supérieure (de type H14). Conformément aux bonnes pratiques HSE, il est recommandé d'éviter tout rejet des émissions filtrées à l'intérieur des locaux de travail, ceci afin de limiter les risques d'exposition du personnel, notamment en cas de fonctionnement en mode dégradé.

Type de procédé	Emission environnementale canalisée & filtration	Emission environnementale diffuse	Exposition professionnelle non réglementaire
Projection thermique à plasma (APS)	<p>Concentration massique de particules TSP :</p> <ul style="list-style-type: none"> • En aval filtration : 1 à 4 mg/m³ • En amont filtration : 22 à 58 mg/m³ • Efficacité de filtration 87 % à 98 % <p>Concentration en nombre de particules (5 nm < dp < 1 µm)</p> <p>Cependant en aval de certaines installations de filtration, les émissions de particules nanostructurées (analyse microscopie) sont en nombre important.</p> <ul style="list-style-type: none"> • En aval : 10³ à 10⁷ particules/cm³ • En amont : 10⁴ à 3x10⁸ particules/cm³ 	<p>Concentration en nombre de particules 10nm < dp < 700 nm</p> <p>A proximité de la cabine lors de la projection : C_{porte} > 5x10³ à 10⁵ particules / cm³ C_{fond} ~ 10³ à 5x10³ particules / cm³</p> <p>Les observations qualitatives indiquent de possibles émissions diffuses lors des phases transitoires sur le site non mesuré.</p>	<p>Concentration en nombre de particules 10nm < dp < 700 nm</p> <p>Hors cabine : C ~ C_{fond}</p> <p>A l'intérieur de la cabine Accès post-projection sans attendre la fin de la phase de ventilation ou renouvellement d'air :</p> <ul style="list-style-type: none"> • C ~ 3x10⁶ particules / cm³ • C_{fond} ~ 5x10⁴ particules / cm³ <p>Lors de projection thermique :</p> <ul style="list-style-type: none"> • C ~ 5x10⁶ particules / cm³ • C_{fond} ~ 10³ particules / cm³ <p>Pulvérisation de la poudre (*) Après projection, la poudre est plus pulvérulente que la poudre initiale. Il s'agit donc d'un terme source pour l'exposition professionnelle ainsi que les émissions diffuses.</p>
Atomisation gazeuse de poudres métalliques	<p>Concentration en nombre de particules : 0,5 µm < dp < 20 µm</p> <p>En aval de l'installation de filtration, les émissions de particules sont</p> <ul style="list-style-type: none"> • < 10² particules / cm³. 	<p>Concentration en nombre de particules : 0,3 – 20 µm et 10 nm et 1 µm</p> <p>En proximité de la tour d'atomisation, aucune émission diffuse de particules.</p>	<p>Concentration en nombre de particules :</p> <p>Les opérations annexes constituent l'essentiel des expositions au niveau de l'opérateur. Les valeurs de concentration sont stables en dehors des périodes d'accès direct au procédé d'atomisation notamment lors du démontage de cyclone (10⁶ particules / cm³) et lors de phases de nettoyage à l'air comprimé de la cuve ou du nettoyage du cyclone. De plus, les observations qualitatives du transfert d'une partie du procédé pour le nettoyage créent une exposition indirecte vers d'autres opérateurs de la plateforme.</p>
Fabrication additive par fusion laser de poudres métalliques	<p>Concentration en nombre de particules : 5 nm < dp < 1 µm</p> <p>En aval des installations de filtration les émissions de particules sont :</p> <ul style="list-style-type: none"> • C (M270) < 10⁴ particules / cm³ • C (M280) < 10² particules / cm³ <p>Peu élevé par rapport à C_{fond} ~ 7300 particules / cm³</p>	<p>Concentration en nombre de particules : 5 nm < dp < 1 µm</p> <p>Au cours des phases de nettoyage</p> <p>C ~ 6x10⁴ particules / cm³ C_{fond} ~ 1x10⁴ particules / cm³ Faible exposition</p>	<p>Concentration en nombre de particules : 5 nm < dp < 1 µm</p> <p>Au cours des phases de nettoyage</p> <p>C ~ 6x10⁴ particules / cm³ C_{fond} ~ 1x10⁴ particules / cm³ Faible exposition</p>

(*) Travaux OCDE – NanoHarmony : Dustiness testing of manufactured nanomaterials "https://nanotechia.org/sites/default/files/20211125_nh_2ndworkshop_overview_dustiness_final.pdf"

Tableau 26 : Synthèse des émissions des procédés métallurgiques à poudres du projet CaRPE

9. Conclusion et perspectives

Les conclusions principales des travaux effectués dans le cadre du projet CarPE sont présentées ci-dessous. Ces conclusions sont spécifiques au cadre de cette étude et ne peuvent être généralisées, car les équipements peuvent différer d'une installation à l'autre (notamment les paramètres des procédés, les dispositifs de captation, de filtration, etc.). Cependant, ces résultats donnent tout de même des indications sur les possibles émissions issues des procédés de métallurgie des poudres.

Les deux objectifs du projet CarPE consistaient à :

1. « **Documenter l'existant...** », s'appuyer sur l'étude de l'INRS [11] réalisée sur la situation française en matière d'utilisation des procédés et matériaux pour étudier les différentes émissions associées (canalisées et diffuses) afin de documenter la communauté scientifique et industrielle. Mais également de caractériser des procédés en développement actuellement comme la projection plasma de suspensions.
2. « **Rechercher des voies d'amélioration...** », au niveau du procédé et de la prise en charge de ses effluents. En travaillant sur les paramètres de projection de façon à réduire les émissions et modifier par exemple la granulométrie des particules émises sans dénaturer le revêtement. Mais également d'étudier la conception d'un dispositif de captage des émissions qui puisse s'adapter aux contraintes techniques industriels. Les dispositifs actuels étant fixes, quelle que soit la géométrie de la pièce à revêtir et le mouvement du procédé de projection monté sur le robot ou porté par l'opérateur. En ce sens, le développement de dispositifs modulables et dissociables pourrait être une avancée dans le domaine de la captation pour réduire les émissions des procédés.

A noter que le projet a cherché à prendre en compte l'ensemble du processus de la fabrication de la poudre, d'une pièce ou d'un revêtement. Enfin, les procédés sélectionnés relèvent des BREF (FMP et NFM) pour la projection thermique, atomisation de poudre métallique et du BREF (CER et STM) pour la fabrication additive.

Le projet a répondu aux objectifs au travers des actions suivantes :

- Pour satisfaire le premier objectif, un état de l'art a tout d'abord été réalisé sur l'état des émissions dans les procédés métallurgiques. En complément de cette recherche bibliographique, une enquête a été réalisée auprès des industriels du secteur afin de connaître les différentes pratiques. L'état de l'art et l'enquête ont été conclu par la publication [18]. Puis, des visites préliminaires des sites réalisées avec des mesures simplifiées ont permis d'identifier les expérimentations à mener avec une instrumentation plus complète. A l'issue de ces travaux préliminaires, la décision a été prise de mettre l'accent sur la projection thermique.
- Pour le second objectif, trois campagnes de mesure complètes regroupant un panel d'instruments complet (Tableau 1, Tableau 2) ont été réalisées. La première campagne était focalisée sur la projection thermique uniquement. La seconde campagne a traité de l'atomisation, de la fabrication additive et aussi de la projection thermique. Pour cette dernière, des essais dits paramétriques ont été réalisés sur les paramètres de projection pour évaluer dans quelle mesure, il était possible de réduire les émissions en agissant sur le terme source. Enfin, une troisième campagne a permis d'évaluer un nouveau système de captation dans le cadre de la projection thermique. Ce système visait à augmenter le captage des particules, mais aussi à réduire les émissions. Tout cet ensemble tend à satisfaire le second objectif.

Les principaux résultats du projet sont synthétisés ci-dessous :

Pour la **projection thermique**, les essais paramétriques avec actions sur le terme source ont révélé qu'il est possible d'abaisser la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles entre 0.5 et 1 μm d'environ 27 % à 75 %. Pour la gamme de taille micrométrique (1 μm -20 μm), l'impact est bien moins significatif. Pour les procédés de projection thermique, l'efficacité de filtration en masse de poussières totales (TSP, émissions canalisées) est supérieure à 90 %. Néanmoins, l'analyse de l'effluent en aval des

filtres montre qu'un nombre important de particules de tailles inférieures à 1 µm passe au travers des filtres. Ce nombre varie selon les procédés mais peut atteindre jusqu'à 10⁶ particules / cm³. L'analyse microscopique révèle que ces dernières sont nanostructurées. Les mesures réalisées pendant les opérations de projection impliquant l'ouverture de la porte de la cabine suggèrent des émissions diffuses, plus importantes pour le partenaire 1 (jusqu'à 10⁵ particules / cm³ à l'ouverture de la porte). Les mesures effectuées dans la cabine lors des opérations de projection ou peu de temps après que celles-ci sont achevées montrent une exposition aux particules nanostructurées non négligeables (jusqu'à 10⁶ particules / cm³). Les analyses avec les compteurs sont complétées par les observations de grilles au microscope électronique à transmission. Enfin, les tests de pulvérulence montrent que la poudre recueillie dans la cabine est plus pulvérulente que le produit brut (d'un facteur 200 environ). Dans la dernière campagne, des expériences d'amélioration de captation ont été réalisées. **Grâce à l'utilisation de nouveaux panneaux modulaires, le captage des particules a pu être amélioré.** Ainsi, les dépôts résiduels sont moindres dans la cabine réduisant par la même occasion les risques d'exposition de l'opérateur et d'émissions diffuses.

Pour la fabrication additive, on relève une émission canalisée très modérée. En effet, sur une gamme de tailles s'échelonnant de 10 nm à 1 µm, la concentration en nombre atteint tout au plus 10⁴ particules / cm³ en aval des filtres ce qui reste modeste en comparaison au fond urbain (environ 8000 particules / cm³ [34][35]). L'émission est tout à fait négligeable dans la gamme de tailles s'échelonnant de 0.5 à 20 µm. Les visites préliminaires ont mis en évidence l'exposition de l'opérateur au cours des phases de nettoyage ainsi que des émissions diffuses qui restent faibles (6x10⁴ particules /cm³ par rapport à un bruit de fond de 10⁴ particules /cm³).

Pour l'atomisation gazeuse de poudres, les émissions canalisées ont pu être mesurées en aval du système de filtration. Dans la gamme de taille s'échelonnant de 5 nm à 1 µm, les mesures étaient inférieures à la limite de quantification. De 0.5 à 20 µm, les pics de concentrations étaient inférieurs à 100 particules / cm³. Les analyses microscopiques n'ont pas révélé de particules nanostructurées. Aucune émission diffuse n'a été observée en proximité de la tour d'atomisation. Cependant, la possible exposition de l'opérateur a également été évaluée lors des opérations de maintenance (jusqu'à 10⁶ particules / cm³ dans une gamme de tailles de 10 à 700 nm).

Ce projet a permis de produire des données au cours de 3 campagnes sur des procédés sélectionnés parmi les partenaires. Dans le projet CarPE, plusieurs types d'émissions étaient traités. Parmi eux, les problèmes **d'émissions canalisées à l'environnement, l'exposition professionnelle non réglementaire du travailleur, les émissions diffuses** sur les sites de production.

Les exemples traités dans le cadre de CarPE montrent que les émissions en particules nanostructurées vers l'environnement via les **émissions canalisées** peuvent ne pas être négligeables dans le cas de la projection thermique notamment. Bien qu'il ne soit pas possible de généraliser à toute la filière, l'importance de disposer d'un dispositif de filtration adéquat apparaît primordial.

L'exposition de l'opérateur a été mis en évidence dans les cas traités dans CarPE. Il ressort que les procédés utilisent des métaux dangereux pour la santé des travailleurs (Ni, Cr, ...). Les enquêtes réalisées dans le cadre de CarPE et par l'INRS montrent que certaines opérations sont réalisées sans protection respiratoire (INRS 23%) et sans attendre la fin de la période de ventilation avant de pénétrer dans la cabine (Enquête CarPE 45%, INRS 54 %). Cela apparaît problématique étant donné les résultats mis en évidence dans le cadre de CarPE où l'on voit clairement que l'opérateur est exposé. Cela met en évidence que les procédures (ex : après projection attendre la fin de la phase de ventilation et le renouvellement de l'air pour accéder à l'intérieur de la cabine) et protection adéquate (port d'appareils de protection respiratoire à adduction d'air ou ventilation assistée) doivent être mises en place pour protéger le travailleur [12] [65] [66].

Pour les émissions diffuses, bien que les mesures soient incomplètes, certaines observations mettent en évidence que celles-ci surviennent sur les lieux de production en différents points des sites. On peut noter le transfert des poudres projetées résiduelles dans d'autres emplacements des sites. Les poudres sont parfois transportées dans des containers et déversées sans procédure de protection adéquate. Il y a aussi une possible contamination des vêtements de travail puis un transfert de cette contamination vers les vêtements de ville des travailleurs. Enfin, les phases de retrait et de nettoyage des filtres restent une opération délicate.

Les travaux menés dans le cadre du projet Carpe montrent qu'il reste un travail à accomplir pour réduire les émissions diffuses en poussant entre autres les mesures réalisées et notamment en menant des campagnes environnementales selon par exemple les approches méthodologiques développées par l'Ineris dans le cadre du projet européen NanoFASE (Anticiper les émissions accidentelles et chroniques de nanomatériaux manufacturés et leur devenir dans l'environnement : <https://hal-ineris.archives-ouvertes.fr/ineris-02044854/document>).

Le partenaire 1 a ainsi développé une méthodologie faisant appel à une gamme très variée d'instruments (prélèvements sur filtre, ELPI, MPS, impacteurs, nanobadge...) afin de mesurer et caractériser les émissions d'installations industrielles et de détecter et mesurer la présence de nanoparticules dans l'air ambiant autour de ces installations. Cette méthode permet aussi de quantifier et caractériser les retombées au sol et dans les eaux de surface. Les concentrations mesurées dans les milieux environnementaux autour du site peuvent être comparées aux prédictions obtenues par la modélisation.

En termes de perspectives, plusieurs postes d'émissions diffuses ont été découverts au cours des campagnes sans que ces émissions puissent être quantifiées (transport, traitement des déchets). Ce point mériterait d'être approfondi afin d'améliorer la réduction des émissions. Enfin, une piste intéressante de réduction à la source des émissions mériterait d'être creusée. En effet, en étudiant les paramètres des différents procédés (poudres utilisées, puissance du plasma, gaz vecteurs, etc.), il apparaît possible, d'après les essais paramétriques réalisés dans CaRPE, de réduire les émissions. Mais encore faut-il que cela soit réalisé sans altération des pièces à traiter. De plus, le travail sur la captation à la source engagé dans CaRPE mériterait d'être poursuivi également pour la réduction des émissions. Enfin, il serait intéressant de réaliser une surveillance de la qualité de l'air autour de ce type de sites afin d'évaluer leur potentiel impact sur la population générale, notamment le procédé de projection thermique.

Le projet CaRPE avait plusieurs attendus et ceux-ci sont résumés dans le Tableau 27. Les réponses apportées à ces attendus sont indiquées.

Principaux attendus du projet CaRPE	Réalizations du projet CaRPE
Mener, un travail exploratoire sur le lien entre d'une part les principes physiques des procédés, et d'autre part les propriétés physico-chimiques des émissions et rechercher et tester de manière préliminaire des leviers potentiels.	Des premiers tests ont été réalisés dans le cadre de la projection thermique. L'émission de particules a été étudiée en fonction des paramètres de la torche à plasma. § 6.2.3 Présentation des résultats des essais paramétriques
Constituer une vue d'ensemble de la filière française dans le but de relever les principales caractéristiques en matière de gestion des effluents.	§ 3.1 Enquête préliminaire auprès des industriels de la projection thermique. Mise en place par le partenaire 2 d'une enquête sur les émissions / gestion des émissions et des effluents. Un premier questionnaire a été déployé au congrès de l'Association de Traitement Thermique et de Traitement de Surface (A3TS) en décembre 2018 sans aucun retour (Craintes des autorités de contrôle). Un second questionnaire numérique via le Logiciel Lime Survey : https://enquetes.utbm.fr/index.php/558462?lang=fr a été réalisé avec 10 % de retour.
Constituer notamment sur la base de visites sur site, d'analyse de procédés (dont protocoles), Cette vue d'ensemble afin de mener à des recommandations en matière de maîtrise des émissions, en prenant soin que les suggestions prennent en compte les contraintes en matière de risque accidentel.	Des pistes d'améliorations sur la maîtrise des émissions ont pu être suggérées suite aux travaux menés § 8 Discussion des résultats
Caractériser les émissions en incluant des essais paramétriques facilitant la recherche de solutions d'amélioration.	§ 6.2.3 Présentation des résultats des essais paramétriques Etude réalisée sur le procédé de projection thermique plasma du partenaire 2.
Sélectionner, mettre en œuvre et évaluer 1 à 3 scénarios d'amélioration.	Un scénario a été réalisé sur le procédé de projection thermique. L'amélioration de la captation a pu être mise en évidence et en conséquence la réduction des émissions. § 6.2.3 Présentation des résultats des essais paramétriques § 7 Opération de réduction des émissions
Réaliser une stratégie de valorisation scientifique afin de faire connaître les travaux (partie non-confidentielle), de sensibiliser les chercheurs aux enjeux environnementaux, et de faire valider par les pairs les résultats de la recherche.	Un article est paru et plusieurs communications dans des congrès ont été réalisées. D'autres valorisations sont prévues après la publication de ce rapport. § Annexe 1 : Valorisation scientifique du projet
Mener des actions de dissémination des résultats à l'intention de la communauté des utilisateurs de procédés, afin de les sensibiliser aux enjeux, et de porter à sa connaissance les possibilités d'amélioration mises à jour dans le projet.	Ces actions n'ont pu être réalisées dans le cadre du projet. Néanmoins, des partenaires se sont déjà engagés dans une démarche visant à prendre en compte les pistes d'améliorations de réduction des émissions.

Tableau 27. Récapitulatif des attendus du projet CaRPE et comment ils ont été traités

INDEX DES TABLEAUX ET FIGURES

TABLEAUX

Tableau 1 : Liste et caractéristiques principales des instruments de terrain utilisés dans le cadre de l'étude.....	31
Tableau 2 : Liste et caractéristiques principales des instruments de laboratoire utilisés dans le cadre de l'étude.....	32
Tableau 3 : Points de mesures et niveau de concentrations en particules / cm ³	47
Tableau 4 : Synthèse des visites préliminaires.....	48
Tableau 5 : Poudres utilisées lors des mesures. Informations fournies par le fabricant.....	50
Tableau 6 : Description et durée des différentes phases de production.....	50
Tableau 7 : Synthèse des essais réalisés en amont et aval lors des différents cycles de production.....	52
Tableau 8 : Résultats des concentrations en poussières totales en suspension (TSP) en amont et aval du système de filtration.....	58
Tableau 9 : Résultats de la quantification des concentrations en métaux majeurs en amont et aval du système de filtration et incertitudes relatives.....	58
Tableau 10 : Test de pulvérulence en fraction thoracique sur la poudre 320 NS initiale et résiduelle.....	63
Tableau 11 : Synthèse de la campagne 4 – partenaire 4 – Projection thermique à plasma sous air à pression atmosphérique.....	64
Tableau 12 : Poudres utilisées pour la projection thermique lors de la campagne 2 partenaire 2.....	65
Tableau 13 : Résultats des concentrations en poussières totales en suspension (TSP) en amont et aval du système de filtration.....	75
Tableau 14 : Synthèse de la campagne 2 – partenaire 2 – Projection thermique à plasma sous air à pression atmosphérique.....	84
Tableau 15 : Poudres utilisées pour l'atomisation lors de la campagne 2 partenaire 2.....	85
Tableau 16 : Synthèse de la campagne 2 – partenaire 2 – Atomisation sous gaz inerte de poudres métalliques.....	92
Tableau 17 : Poudres utilisées lors de la campagne 2 – partenaire 6.....	93
Tableau 18 : Caractéristiques des systèmes de filtration des deux machines.....	95
Tableau 19 : Synthèse de la campagne 2 – partenaire 6 - Fabrication additive.....	100
Tableau 20 : Poudres utilisées lors de la campagne partenaire 2.....	102
Tableau 21 : Concentrations en nombre de particules en amont et aval des installations de filtration avant modification du panneau aspirant.....	109
Tableau 22 : Résultats des concentrations en poussières totales en suspension (TSP) en amont et aval du système de filtration.....	113
Tableau 23 : Concentrations en nombre de particules en amont et aval des installations de filtration après modification du panneau aspirant dans deux configurations d'ouvertures.....	113
Tableau 24 : Résultats des concentrations en poussières totales en suspension (TSP) en amont et aval du système de filtration.....	117
Tableau 25 : Synthèse de la campagne 3 – partenaire 2 – Projection thermique à plasma sous air à pression atmosphérique.....	118
Tableau 26 : Synthèse des émissions des procédés métallurgiques à poudres du projet CaRPE.....	124
Tableau 27. Récapitulatif des attendus du projet CaRPE et comment ils ont été traités.....	128

FIGURES

Figure 1 : Organigramme du projet CaRPE.....	12
Figure 2 : Principe de la projection thermique [12].....	14
Figure 3 : Les familles de matériaux utilisé en projection thermique [12].....	15
Figure 4 : Les spécifications des différents procédés en projection thermique (Source partenaire 2).....	15
Figure 5 : Comparaison des différents procédés de projection thermique (Source partenaire 4).....	16
Figure 6 : Exemple de procédés flamme (Source partenaire 2).....	16
Figure 7 : Présentation d'une cabine de projection thermique (Source partenaire 2).....	17
Figure 8 : Schéma de principe de la torche plasma (source partenaires 2 et 4).....	18
Figure 9 : Schéma de principe de la torche HVOF (source partenaires 2 et 4).....	18
Figure 10 : Les principales technologies des procédés de fabrication additives (source collection ISO 17296-2 à 4 :2015).....	19
Figure 11 : Les trois procédés utilisant la poudre métallique (source INRS – ED 144).....	20
Figure 12 : Schéma de principe du frittage de poudre dans l'équipement EOS M 280 (Source EOS).....	20

Figure 13 : Morphologie des poudres réalisées (source partenaire 2).....	21
Figure 14 : Deux types d'atomiseurs (source Neikov 09)	21
Figure 15 : Elaboration de poudre par atomisation gazeuse inerte (source partenaire 2).....	22
Figure 16 : Schéma de principe d'un électrofiltre [55] ©Techniques de l'Ingénieur	27
Figure 17 : Schéma de principe d'un filtre à cartouches [55] ©Techniques de l'Ingénieur	27
Figure 18 : Schéma de principe d'une tour [56] ©Techniques de l'Ingénieur.....	28
Figure 19 : Schéma de principe d'un cyclone [56] ©Techniques de l'Ingénieur	28
Figure 20 : Diagramme de synthèse [57] ©Techniques de l'Ingénieur.....	29
Figure 21 : Schéma de mise en œuvre d'un agitateur Vortex (source Ineris)	33
Figure 22 : Torche plasma (APS) et flamme à haute vitesse (HVOF).....	36
Figure 23 : (a) grille vierge - (b) prélèvement de microscopie des particules contenues dans les fumées en aval de l'installation de filtration. Clichés de particules micrométriques en forme de billes (1), sous forme de plaquettes (2) et un fond nanométrique très important (3) - (c) Grille colmatée de particules nanométriques	36
Figure 24 : Spectres EDX (Microanalyse par énergie dispersive de rayons X) confirmant l'origine des particules (Al ₂ O ₃ , Silice).....	36
Figure 25 : (a) Prélèvement de microscopie des particules contenues dans les fumées de la cabine. Clichés de particules micrométriques en forme de billes contenu (1), sous forme de plaquettes (2) et un fond nanométrique très important (3) - (c) Grille colmatée de particules nanométriques	37
Figure 26 : (a) Prélèvement de microscopie des particules contenues dans les fumées en aval de l'installation de filtration - (b) Clichés de particules micrométriques en forme de billes (1), sous forme d'amas (2) et de nombreux agrégats nanométriques (3) - (c) agrégats nanométriques.....	38
Figure 27 : Spectres EDX confirmant l'origine des particules	38
Figure 28 : (a) Prélèvement de microscopie des particules contenues dans les fumées de la cabine - Clichés de particules sous forme d'amas nanométriques (1) et agrégats nanométriques (2) - (b) agrégats nanométriques.....	38
Figure 29 : Schéma bloc des différentes étapes de production du procédé de projection thermique plasma et HVOF.....	39
Figure 30 : Projection thermique à Plasma, HVOF plasma sous vide (VPS) et tour d'atomisation sous atmosphère inerte.....	40
Figure 31 : Poudriers équipés de bras d'aspiration.....	40
Figure 32 : Présence de particules sphériques de taille micrométrique - Spectres EDX confirmant l'origine des particules	40
Figure 33 : Cycle de la poudre du procédé de projection thermique à plasma	41
Figure 34 : Schéma bloc des différentes étapes de production du procédé de projection thermique sous vide	42
Figure 35 : Containers sous atmosphère inerte.....	42
Figure 36 : Dispositif d'aspiration relié aux installations de filtration	43
Figure 37 : Schéma bloc des différentes étapes de production du procédé d'atomisation de poudre métalliques	43
Figure 38 : Cycle de la poudre du procédé d'atomisation de poudre métalliques.....	43
Figure 39 : Machine de fabrication additive EOS 280 et chambre de fabrication	44
Figure 40 : (a et b) Prélèvement de microscopie des particules contenues dans l'air ambiant - Clichés de particules sphériques micrométriques (1).....	44
Figure 41 : Diagramme des poudres de la fabrication additive par fusion laser	45
Figure 42 : Cycle de vie de la poudre du procédé de fabrication additive par fusion laser	45
Figure 43 : Schéma global des installations visitées et des mesures réalisées.....	46
Figure 44 : Dispositif mis en place pour l'analyse dans les conduits d'évacuation	51
Figure 45 : Plan de l'installation du partenaire 4 avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.....	53
Figure 46 : Evolution temporelle en nombre obtenue par granulométrie APS dans une gamme de taille comprise entre 500 nm à 20 µm en amont et en aval du système de filtration de la cabine de projection thermique plasma.....	54
Figure 47 : Suivi temporel de la mesure en nombre de particules obtenu avec le DMS 500 dans une gamme de taille comprise entre 5 nm et 1 µm en amont et en aval du système de filtration de la cabine de projection thermique plasma.....	55
Figure 48 : Granulométrie APS – Distribution granulométrique moyenne de 4 cycles (amont / aval du système de filtration) en fonction du diamètre aérodynamique.....	55
Figure 49 : Granulomètre DMS 500. – Répartition moyenne des particules avec écart type de répétabilité sur les 5 cycles amont et aval du système de filtration.....	56
Figure 50 : Granulomètre DMS 500. – Répartition moyenne des particules sur les 3 cycles amont et aval du système de filtration	56

Figure 51 : (a) Ensemble des différentes particules vues sur les grilles. (b) 1 – plaquettes. (c) 2 – billes micrométriques. (d) 3 – fond nanométrique	57
Figure 52 : Calcul de l'efficacité du système de filtration pour la gamme granulométrique 5 nm à 1 μm	59
Figure 53 : Calcul de l'efficacité du système de filtration pour la gamme granulométrique de 0,5 à 20 μm	59
Figure 54 : Comparaison de la concentration de fond avec les cycles de production	60
Figure 55. Suivi temporel de la concentration en nombre à proximité de la porte.....	61
Figure 56 : Comparaison entre mesure de fond et mesure près de la porte de la cabine	61
Figure 57 : Mesures sur l'opérateur – suivi temporel de la concentration des particules en nombre.....	62
Figure 58 : Photographie des particules prélevées sur la grille de microscopie électronique à transmission de l'opérateur avec deux échelle (a) 10 μm et b (2 μm). En 1, des plaquettes sont observées. En 2, des billes apparaissent sur la grille. En 3, on peut observer un fond nanométrique important.....	63
Figure 59 : Plan de l'installation de projection thermique PT1 du partenaire 2 avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.	66
Figure 60 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules mesurée par l'APS sur la gamme de tailles 0.5 – 20 μm en aval du système de filtration de la cabine de projection plasma lors de son fonctionnement	67
Figure 61 : Evolution temporelle de la concentration en nombre mesurée par APS en amont du système de filtration dans le conduit un au cours d'une projection plasma	68
Figure 62 : Evolution temporelle de la concentration en nombre mesurée par APS en amont du système de filtration dans le conduit deux au cours d'une projection plasma	68
Figure 63 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 μm en amont du système de filtration dans le conduit 1.	69
Figure 64 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 μm en amont du système de filtration dans le conduit 2.....	69
Figure 65 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 μm en aval du système de filtration.	70
Figure 66 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en amont et en aval du système de filtration de la cabine	71
Figure 67 : Distribution en taille donnée par le DMS 500 (0.5- 1 μm) en amont et en aval du système de filtration de la cabine	71
Figure 68 : Granulomètre DMS 500 – Répartition moyenne des particules en amont et aval du système de filtration	72
Figure 69 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en amont du système de filtration. Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules	73
Figure 70 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 2 en amont du système de filtration. Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules	74
Figure 71 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées en aval du système de filtration. Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules.....	74
Figure 72 : Calcul de l'efficacité du système de filtration de la cabine de projection thermique plasma pour la gamme granulométrique 5 nm à 1 μm	75
Figure 73 : Calcul de l'efficacité du système de filtration de la cabine de projection thermique plasma pour la gamme granulométrique de 0,5 à 20 μm	76
Figure 74 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules près de la porte et dans le fond.....	76
Figure 75 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules près de la porte, dans le fond et sur l'opérateur.....	77
Figure 76 : Images MET correspondant à l'opérateur dans la cabine lorsque la projection plasma est en fonctionnement avec (1) particules micrométriques et (2) agrégats de nanoparticules.	78
Figure 77 : Images MET correspondant à l'opérateur dans la cabine après la projection plasma avec (1) particules micrométriques et (2) agrégats de nanoparticules.	78
Figure 78 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 0,5 à 20 μm par APS en amont du système de filtration dans le conduit 1 avec la poudre 320 NS dans les configurations de projection 1 à 3.....	80
Figure 79 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 0,5 à 20 μm par APS en amont du système de filtration dans le conduit 2 avec la poudre 480 NS dans les configurations de projection 4 à 6.....	80

Figure 80 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 µm par le DMS 500 en amont du système de filtration dans le conduit 1 avec la poudre 320 NS dans les configurations de projection 1 à 3.....	81
Figure 81 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 µm par le DMS 500 en amont du système de filtration dans le conduit 2 avec la poudre 480 NS dans les configurations de projection 4 à 6.....	82
Figure 82 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules dans la gamme de tailles 10 nm à 1 µm par la DMS 500 en aval du système de filtration avec les poudres 320 et 480 NS dans la configuration de projection 7.....	83
Figure 83 : Plan de l'installation d'atomisation de poudre du partenaire 2 avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.....	86
Figure 84 : Evolution temporelle de la concentration en nombre de particules mesurée par l'APS sur la gamme de tailles 0.5 – 20 µm en aval du système de filtration de la tour d'atomisation lors de son fonctionnement.....	87
Figure 85 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 µm) en aval du système de filtration de la tour d'atomisation.....	88
Figure 86 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit en aval du système de filtration. De rares particules sphériques micrométriques de cuivre.....	88
Figure 87 : Spectre EDX confirmant l'origine des particules de cuivre.....	89
Figure 88 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules près de la tour et dans le fond.....	89
Figure 89 : Evolution temporelle de la concentration en nombre des particules près de la tour d'atomisation, dans le fond et sur l'opérateur.....	90
Figure 90 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées sur l'opérateur lors de l'ouverture de la tour d'atomisation. Présence de particules sphériques micrométriques de cuivre.....	91
Figure 91 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées sur l'opérateur lors de l'ouverture du cyclone. Présence de particules sphériques micrométriques de cuivre.....	91
Figure 92 : Spectres EDX confirmant l'origine des particules de cuivre.....	91
Figure 93 : Plan de l'installation du partenaire 6 avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.....	94
Figure 94 : Photographie des trois systèmes de filtration équipant la machine M270.....	95
Figure 95 : Photographie de l'intérieur de l'unité de filtration de la M270.....	96
Figure 96 : Photographie des deux systèmes de filtration équipant la machine M280.....	96
Figure 97 : Photographie de l'intérieur de l'unité de filtration de la M280.....	96
Figure 98 : Exemple de couche de production CAO.....	96
Figure 99 : Suivi temporel de la concentration en nombre (particules/cm ³) en particules submicroniques mesurée par compteur CPC en phase de production sur la machine M270 – pas de temps de 2 s.....	97
Figure 100 : Suivi temporel de la concentration en nombre (particules/cm ³) en particules submicroniques mesurée par compteur CPC en phase de production sur la machine M270 – pas de temps de 2 s.....	98
Figure 101 : Dépôt de suies en sortie de filtre de la M270.....	98
Figure 102 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit en aval du système de filtration de la M270. De nombreux agrégats micrométriques de particules sont observés (a et b) agrégats de nanoparticules (c).....	99
Figure 103 : Spectre EDX constitué de fer, chrome et nickel sous forme d'oxydes.....	99
Figure 104 : Cabine de projection thermique avec le panneau aspirant fixe.....	102
Figure 105 : Plan de l'installation avant modification avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.....	104
Figure 106 : Dimension du nouveau panneau aspirant.....	105
Figure 107 : Angles des caissons aspirants latéraux.....	106
Figure 108 : Mise en place du nouveau panneau aspirant.....	106
Figure 109 : Organigramme des différents essais réalisés.....	107
Figure 110 : Connexion des panneaux aspirants aux conduits des filtres avant et après modification.....	107
Figure 111 : Plan de l'installation après modification avec les points de prélèvement et les instruments utilisés pendant la campagne.....	108
Figure 112 : Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 µm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine.....	109
Figure 113 : Distribution en taille donnée par le DMS 500 (0.5- 1 µm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec l'ancien panneau aspirant.....	110
Figure 114 : Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en amont du système de filtration 1 TORIT (projection sur le cylindre). Deux	

	catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules	110
Figure 115 :	Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en amont du système de filtration 1 TORIT (projection sur le panneau). Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules.....	111
Figure 116 :	Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en amont du système de filtration 2 TAMA (projection sur le cylindre). Deux catégories de particules sont majoritairement observées (1) particules sphériques micrométriques (2) agrégats de nanoparticules	112
Figure 117 :	Images de microscopie électronique à transmission de particules collectées dans le conduit 1 en aval du système de filtration 2 TAMA (projection sur le panneau). Une catégorie de particules sont majoritairement observées (1) agrégats de nanoparticules.....	112
Figure 118 :	Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 30°	114
Figure 119 :	Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°	114
Figure 120 :	Distribution en taille donnée par le DMS 500 (0.5- 1 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°.....	115
Figure 121 :	Distribution en taille donnée par le DMS 500 (0.5- 1 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°.....	115
Figure 122 :	Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°	116
Figure 123 :	Distribution en taille donnée par l'APS (0.5- 20 μm) en amont et en aval des systèmes de filtration de la cabine avec le nouveau panneau ouvert à 180°	116

SIGLES ET ACRONYMES

ABS	Acrylonitrile Butadiène Styène
ADEME	Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie
APS	Projection plasma atmosphérique (Atmospheric Plasma Spraying)
APS	Spectromètre de mesure du diamètre aérodynamique des particules
ATEX	ATmosphères EXplosibles
BATAEL	Niveaux d'émission associés aux MTD (Best Available Techniques Associated Emission Level)
BREF	Document de référence sur les meilleurs techniques disponibles
CAO	Conception assistée par ordinateur
CARSAT	Caisse d'assurance retraite et de la santé au travail
CME	Concentration minimale d'explosion
EDD	Etudes De Dangers
EDX	Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy)
EPA	Filtre haute efficacité (Efficiency Particulate Air)
FDS	Fiches de Données Sécurité
FFP	Pièce faciale filtrante (Filtering Facepiece particles)
DMLS	Frittage direct de métaux par laser (Direct Metal Laser Sintering)
HEPA	Filtre très haute efficacité (High Efficiency Particulate Air)
HSE	Hygiène Sécurité Environnement
HVOF	Projection de flamme à haute vitesse (High Velocity Oxy-Fuel)
ICP/MS	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry - Mass Spectrometry)
IED	Directive relative aux émissions industrielles
INRS	Institut national de recherche et de sécurité
MET	Microscopie électronique en transmission
MTD	Meilleures Techniques Disponibles
MPS	Préleveur de nanoparticules (Mini particle sampler)
NanoFASE	Le devenir et la spéciation des nanomatériaux dans l'environnement (Nanomaterial Fate and Speciation in the Environment)
OCDE	L'Organisation de coopération et de développement économiques
ONG	Organisation Non Gouvernementale
PC	PolyCarbonate
PEEK	Polyétheréthercétone
PET	Polytéréphtalate d'Éthylène
PLA	Acide PolyLActique
REACH	Règlement de l'Union européenne (ECHA European Chemicals Agency)
SLM	Fusion sélective par laser (Selective Laser Melting)
SMPS	Spectromètre de mobilité électrique (Scanning Mobility Particle Sizer)
TSP	Particules totales en suspension (Total Suspended Particulates)
VLEP	Valeur Limite d'Exposition Professionnelle

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] W. J. Trompetter, T. Ancelet, P. K. Davy, and J. Kennedy, "Fugitive emissions from nanopowder manufacturing," *J. Nanoparticle Res.*, vol. 18, no. 7, p. 203, Jul. 2016, doi: 10.1007/s11051-016-3509-8.
- [2] A. B. Stefaniak et al., "Insights Into Emissions and Exposures From Use of Industrial-Scale Additive Manufacturing Machines," *Saf. Health Work*, vol. 10, no. 2, pp. 229–236, Jun. 2019, doi: 10.1016/j.shaw.2018.10.003.
- [3] L. Reijnders, "Cleaner nanotechnology and hazard reduction of manufactured nanoparticles," *J. Clean. Prod.*, vol. 14, no. 2, pp. 124–133, Jan. 2006, doi: 10.1016/j.jclepro.2005.03.018.
- [4] B. JM and D. G, "Etat de l'art sur l'utilisation de revêtements projetés thermiquement," *Trait. Matériaux*, vol. 428, 2014.
- [5] P. L. Fauchais, J. V. R. Heberlein, and M. I. Boulos, "Thermal spray fundamentals: From powder to part," *Therm. Spray Fundam. From Powder to Part*, pp. 1–1566, Jan. 2014, doi: 10.1007/978-0-387-68991-3/COVER.
- [6] G. Mater and B. Savary, "Projection thermique : état des lieux en 2012 - Article de revue - INRS," *Note technique INRS*, 2012. https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=NT_18 (accessed Oct. 11, 2022).
- [7] B. Savary, "Projection thermique: procédés, dangers, population exposée et niveau d'exposition. Rapport INRS," 2015.
- [8] H. Hériaud-Kraemer, G. Montavon, C. Coddet, S. Hertert, and H. Robin, "Harmful Risks for Workers in Thermal Spraying: A Review Completed by a Survey in a French Company," *J. Therm. Spray Technol.*, pp. 542–554, 2003, [Online]. Available: www.osha.gov
- [9] T. Wohlers, "Wohlers Report 2016. 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry," *Wohlers Rep. 2016*, p. 355, 2016, Accessed: Oct. 19, 2022. [Online]. Available: <https://wohlersassociates.com/product/wohlers-report-2016/>
- [10] "ÉTUDES ÉCONOMIQUES PROSPECTIVE Futur de la fabrication additive Rapport final," 2017. Accessed: Oct. 19, 2022. [Online]. Available: https://www.entreprises.gouv.fr/files/files/directions_services/etudes-et-statistiques/prospective/Industrie/2017-Fabrication-additive.pdf
- [11] G. Mater and B. Savary, "Projection thermique : état des lieux en 2012," *Hygiène sécurité du Trav.*, vol. 236, 2014.
- [12] B. Savary, "Panorama de la projection thermique en France: Résultats de l'enquête de 2012. Rapport INRS," 2014.
- [13] A. Vardelle et al., "The 2016 Thermal Spray Roadmap," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 25, no. 8, pp. 1376–1440, Dec. 2016, doi: 10.1007/s11666-016-0473-x.
- [14] S. M. Abbas and A. Elayaperumal, "Experimental investigation on the effect of ceramic coating on engine performance and emission characteristics for cleaner production," *J. Clean. Prod.*, vol. 214, pp. 506–513, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.jclepro.2018.12.040.
- [15] P. Vuoristo, "Thermal Spray Coating Processes," *Compr. Mater. Process.*, vol. 4, pp. 229–276, Jan. 2014, doi: 10.1016/B978-0-08-096532-1.00407-6.
- [16] L. Pawlowski, "The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings: Second Edition," *Sci. Eng. Therm. Spray Coatings Second Ed.*, pp. 1–626, Mar. 2008, doi: 10.1002/9780470754085.
- [17] S. Samal, "Thermal plasma technology: The prospective future in material processing," *J. Clean. Prod.*, vol. 142, pp. 3131–3150, Jan. 2017, doi: 10.1016/j.jclepro.2016.10.154.
- [18] G. Darut et al., "State of the art of particle emissions in thermal spraying and other high energy processes based on metal powders," *J. Clean. Prod.*, vol. 303, p. 126952, Jun. 2021, doi: 10.1016/j.jclepro.2021.126952.
- [19] F. Gripari, "Caractérisation et filtration des aérosols nonastructurés : application aux fumées de projection thermique des métaux," 2018.
- [20] D. Bemmerl, R. Regnier, I. Subra, B. Sutter, M. T. Lecler, and Y. Morele, "Ultrafine Particles Emitted by Flame and Electric Arc Guns for Thermal Spraying of Metals," *Ann. Occup. Hyg.*, vol. 54, no. 6, pp. 607–614, Aug. 2010, doi: 10.1093/annhyg/meq052.
- [21] CARSAT, "Le chrome VI en milieu de travail," 2013.
- [22] A. M. Jacoby, N. Robert, A. Antoine, G. Biette, P. Jeandel, F. Lambert Xolin and D. Melczer, M., Remy, A., Matera, V., Rousset, "Jacoby: Occupational exposure to chromium and nickel... - Google Scholar," 2017.
- [23] M. Viana et al., "Workplace exposure and release of ultrafine particles during atmospheric plasma spraying in the ceramic industry," *Sci. Total Environ.*, vol. 599–600, pp. 2065–2073, Dec. 2017, doi: 10.1016/j.scitotenv.2017.05.132.
- [24] A. Salmatoniadis et al., "A Salmatoniadis Exposure to process generated NPs during thermal spraying. 6th Nanosafe International Conference on Health and Safety (Grenoble, France), 5-9 november 2018," 2018. Accessed: Oct. 11, 2022. [Online]. Available: www.tmcomas.com
- [25] A. Salmatoniadis, M. Viana, G. Biskos, and S. Bezantakos, "Particle size distributions and

- hygroscopic restructuring of ultrafine particles emitted during thermal spraying," *Aerosol Sci. Technol.*, vol. 54, no. 12, pp. 1359–1372, Dec. 2020, doi: 10.1080/02786826.2020.1784837.
- [26] H. Huang, H. Li, and X. Li, "Physicochemical Characteristics of Dust Particles in HVOF Spraying and Occupational Hazards: Case Study in a Chinese Company," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 25, no. 5, pp. 971–981, Jun. 2016, doi: 10.1007/s11666-016-0422-8.
- [27] J. K. Chadwick, H. K. Wilson, and M. A. White, "An investigation of occupational metal exposure in thermal spraying processes," *Sci. Total Environ.*, vol. 199, no. 1–2, pp. 115–124, Jun. 1997, doi: 10.1016/S0048-9697(97)05487-9.
- [28] N. Petsas, G. Kouzilos, G. Papapanos, M. Vardavoulias, and A. Moutsatsou, "Worker exposure monitoring of suspended particles in a thermal spray industry," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 16, no. 2, pp. 214–219, Jun. 2007, doi: 10.1007/S11666-007-9027-6/TABLES/6.
- [29] "Thermal Spray Society, 2013. Environment, health and safety guidelines. In: Pub. ASM Thermal Spray Society, Materials Park," 2013.
- [30] V. D. Subramaniam et al., "Health hazards of nanoparticles: understanding the toxicity mechanism of nanosized ZnO in cosmetic products," *Drug Chem. Toxicol.*, vol. 42, no. 1, pp. 84–93, Jan. 2019, doi: 10.1080/01480545.2018.1491987.
- [31] D. Bémer, I. Subra, Y. Morele, A. Charvet, and D. Thomas, "Experimental study of granular bed filtration of ultrafine particles emitted by a thermal spraying process," *J. Aerosol Sci.*, vol. 63, pp. 25–37, Sep. 2013, doi: 10.1016/j.jaerosci.2013.04.005.
- [32] B. Stephens, P. Azimi, Z. El Orch, and T. Ramos, "Ultrafine particle emissions from desktop 3D printers," *Atmos. Environ.*, vol. 79, pp. 334–339, Nov. 2013, doi: 10.1016/j.atmosenv.2013.06.050.
- [33] P. Azimi, D. Zhao, C. Pouzet, N. E. Crain, and B. Stephens, "Emissions of Ultrafine Particles and Volatile Organic Compounds from Commercially Available Desktop Three-Dimensional Printers with Multiple Filaments," *Environ. Sci. Technol.*, vol. 50, no. 3, pp. 1260–1268, Feb. 2016, doi: 10.1021/acs.est.5b04983.
- [34] O. Le Bihan, L. Malherbe, and A. Ustache, "Connaissance du nombre et de la distribution granulométrique des particules submicroniques - Suivi dans le temps, métrologie: bilan des travaux 2003-2011," *LCSQA*, 2011.
- [35] F. Gaïe Levrel and A. Ustache, "Bilan des niveaux de concentrations particulières en nombre au sein du dispositif national en comparaison à l'échelle européenne," *LCSQA*, 2021.
- [36] D. Keller, F.X., Bau, S., Payet, R., Rousset, "Keller: Additive metal manufacturing emission characteriz... - Google Scholar," *Proceedings of Roomvent & Ventilation*, 2018. [https://scholar.google.com/scholar_lookup?title=Additive metal manufacturing emission characterization&author=F.X. Keller&publication_year=2018](https://scholar.google.com/scholar_lookup?title=Additive+metal+manufacturing+emission+characterization&author=F.X.+Keller&publication_year=2018) (accessed Oct. 11, 2022).
- [37] S. Bau, D. Rousset, R. Payet, and F.-X. Keller, "Characterizing particle emissions from a direct energy deposition additive manufacturing process and associated occupational exposure to airborne particles," *J. Occup. Environ. Hyg.*, vol. 17, no. 2–3, pp. 59–72, Mar. 2020, doi: 10.1080/15459624.2019.1696969.
- [38] P. Graff, B. Ståhlbom, E. Nordenberg, A. Graichen, P. Johansson, and H. Karlsson, "Evaluating Measuring Techniques for Occupational Exposure during Additive Manufacturing of Metals: A Pilot Study," *J. Ind. Ecol.*, vol. 21, no. S1, pp. S120–S129, Nov. 2017, doi: 10.1111/jiec.12498.
- [39] P. Mellin et al., "Nano-sized by-products from metal 3D printing, composite manufacturing and fabric production," *J. Clean. Prod.*, vol. 139, pp. 1224–1233, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.jclepro.2016.08.141.
- [40] J. F. Gomes, R. M. Miranda, J. P. Oliveira, H. M. Esteves, and P. C. Albuquerque, "Evaluation of the amount of nanoparticles emitted in LASER additive manufacture/welding," *Inhal. Toxicol.*, vol. 31, no. 3, pp. 125–130, Feb. 2019, doi: 10.1080/08958378.2019.1621965.
- [41] R. Chen et al., "Exposure, assessment and health hazards of particulate matter in metal additive manufacturing: A review," *Chemosphere*, vol. 259, p. 127452, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.chemosphere.2020.127452.
- [42] M. Sousa, P. Arezes, and F. Silva, "Nanomaterials exposure as an occupational risk in metal additive manufacturing," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1323, no. 1, p. 012013, Oct. 2019, doi: 10.1088/1742-6596/1323/1/012013.
- [43] S. A. Ljunggren et al., "Biomonitoring of Metal Exposure During Additive Manufacturing (3D Printing)," *Saf. Health Work*, vol. 10, no. 4, pp. 518–526, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.shaw.2019.07.006.
- [44] H. Hériaud-Kraemer, G. Montavon, S. Hertert, H. Robin, and C. Coddet, "Harmful Risks for Workers in Thermal Spraying: A Review Completed by a Survey in a French Company," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 12, no. 4, pp. 542–554, Dec. 2003, doi: 10.1361/105996303772082297.
- [45] F.-L. Toma, G. Bertrand, D. Klein, C. Meunier, and S. Begin, "Development of Photocatalytic Active TiO₂ Surfaces by Thermal Spraying of Nanopowders," *J. Nanomater.*, vol. 2008, pp. 1–8, 2008, doi: 10.1155/2008/384171.
- [46] X. Fan, G. Darut, M.-P. Planche, X. Feng, H. Liao, and G. Montavon, "Characterizations of Composite Titanium Nitride Coatings Deposited by Very Low-Pressure Plasma Spraying," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 28, no. 1–2, pp. 265–272, Jan. 2019, doi: 10.1007/s11666-018-0777-0.
- [47] G. Darut et al., "VLPPS: An Emerging Process to Create Well-Defined Components by Additive

- Manufacturing," *J. Therm. Spray Technol.* 2018 281, vol. 28, no. 1, pp. 255–264, Nov. 2018, doi: 10.1007/S11666-018-0792-1.
- [48] D. Bémer, R. Régnier, Y. Morele, F. Grippari, J.-C. Appert-collin, and D. Thomas, "Study of clogging and cleaning cycles of a pleated cartridge filter used in a thermal spraying process to filter ultrafine particles," *Powder Technol.*, vol. 234, pp. 1–6, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.powtec.2012.09.035.
- [49] D. Bémer, Y. Morele, and R. Régnier, "Filtration of ultrafine metallic particles in industry," *Environ. Technol.*, vol. 36, no. 18, pp. 2374–2380, Sep. 2015, doi: 10.1080/09593330.2015.1028471.
- [50] D. Bémer, L. Wingert, Y. Morele, and I. Subra, "Feasibility of granular bed filtration of an aerosol of ultrafine metallic particles including a pressure drop regeneration system," *J. Air Waste Manage. Assoc.*, vol. 65, no. 9, pp. 1119–1126, Sep. 2015, doi: 10.1080/10962247.2015.1064490.
- [51] N. Khirouni, A. Charvet, C. Drisket, A. Ginestet, D. Thomas, and D. Bémer, "Precoating for improving the cleaning of filter media clogged with metallic nanoparticles," *Process Saf. Environ. Prot.*, vol. 147, pp. 311–319, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.psep.2020.09.045.
- [52] H. Cho, J.-S. Youn, I. Oh, Y.-W. Jung, and K.-J. Jeon, "A new air-washing method to clean fabric filters clogged with submicron fume particles: A pilot-scale study," *J. Hazard. Mater.*, vol. 383, p. 121186, Feb. 2020, doi: 10.1016/j.jhazmat.2019.121186.
- [53] C. Ribalta, A. J. Koivisto, A. Salmatonidis, A. López-Lilao, E. Monfort, and M. Viana, "Modeling of High Nanoparticle Exposure in an Indoor Industrial Scenario with a One-Box Model," *Int. J. Environ. Res. Public Health*, vol. 16, no. 10, p. 1695, May 2019, doi: 10.3390/ijerph16101695.
- [54] "Best available techniques (BAT) reference document for common waste water and waste gas treatment/management systems in the chemical sector - Publications Office of the EU." <https://op.europa.eu/en/publication-detail/-/publication/a7e9664c-9ac3-11e6-868c-01aa75ed71a1/language-en> (accessed Dec. 15, 2022).
- [55] L. Le Coq, "Élimination des particules," *Tech. l'ingénieur*, vol. G 1 710, 2006.
- [56] B. Siret, "Dépoussiérage et dévésiculage," *Tech. l'ingénieur*, vol. J 3 580, 2001.
- [57] G. Antonini, "Traitements thermiques des déchets - Procédés et technologies associées," *Tech. l'ingénieur*, vol. G 2 051, 2005.
- [58] O. Le Bihan, L. Malherbe, and A. Ustache, "Connaissance du nombre et de la distribution granulométrique des particules submicroniques - Suivi dans le temps, métrologie: bilan des travaux 2003- 2011 | LCSQA," 2011.
- [59] G. Ounoughene, C. Chivas-Joly, C. Longuet, O. Le Bihan, J. M. Lopez-Cuesta, and L. Le Coq, "Evaluation of nanosilica emission in polydimethylsiloxane composite during incineration," *J. Hazard. Mater.*, vol. 371, pp. 415–422, Jun. 2019, doi: 10.1016/J.JHAZMAT.2019.03.026.
- [60] O. Le Bihan, G. Ounoughene, L. Meunier, B. Debray, and O. Aguerre-Chariol, "Incineration of a Commercial Coating with Nano CeO₂," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 838, no. 1, p. 012023, May 2017, doi: 10.1088/1742-6596/838/1/012023.
- [61] S. Binnet et al., "Noir de carbone nanostructuré: vers une valeur limite d'exposition professionnelle," *Références en santé au Trav. - INRS*, no. 161, 2020.
- [62] N. Jacoby, G. Antoine, M. Melczer, A. Remy, and A. Robert, "Projection thermique: évaluation biologique et atmosphérique des expositions au chrome et au nickel," *Arch. des Mal. Prof. l'Environnement*, vol. 77, no. 3, p. 481, Jun. 2016, doi: 10.1016/J.ADMP.2016.03.289.
- [63] "Principes généraux de ventilation - Brochure - INRS." <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED 695> (accessed Dec. 16, 2022).
- [64] "L'assainissement de l'air des locaux de travail - Brochure - INRS." <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED 657> (accessed Dec. 16, 2022).
- [65] L. Pautasso, S. Montlevier, A. Maitre, and R. Persoons, "Surveillance biologique de l'exposition aux métaux et HAP en métallurgie et recommandations de prévention," *Arch. des Mal. Prof. l'Environnement*, vol. 83, no. 2, pp. 88–99, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.admp.2022.02.001.
- [66] "Avis de l'Anses Rapport d'expertise collective: Travaux exposant aux fumées de soudage à inscrire à la liste des substances, mélanges et procédés cancérogènes," 2022.

ANNEXE 1 : VALORISATION SCIENTIFIQUE DU PROJET

Année	Valorisation scientifique du projet
2018	<p>Enquête auprès des utilisateurs de traitement thermique et de surface :</p> <ul style="list-style-type: none"> • Congrès de l'Association de Traitement Thermique et de Traitement de Surface (A3TS), Enquête sur les émissions / gestion des émissions et des effluents <p>Safety issues pertaining to additive manufacturing: General considerations and identified challenges", EFCE - EFCE – Chemical engineering and 3D Printing G. Marlair, A. Vignes</p>
2019	<p>Présentations en congrès : Poster</p> <ul style="list-style-type: none"> • Projet Carpe : caractérisation et réduction des émissions des procédés poudres métalliques - Hautes Energies, Congrès français sur les aérosols CFA2019, 22 & 23 janvier 2019, Paris, France O. Le Bihan, A. G. Darut, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel, A. Vion, C. Berguery, F. Morvan, J. Roquette, S. Dieu, B. Schnuriger, A. Vignes • Carpe Project: characterization and remediation of emissions from processes based on thermal spray, ITSC 2019, May 26-29, 2019, International Thermal Spray Conference and Exposition, Yokohama, Japan G. Darut, O. Le-Bihan, S. Dieu, B. Schnuriger, A.Vignes, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel, A. Vion, C. Berguery, J. Roquette <p>Normalisation</p> <ul style="list-style-type: none"> • Contribution à la Norme XP E 67-006 "Fabrication additive — Sécurité, hygiène et environnement — Exigences liées aux matériaux métalliques " - A.Vignes
2020	<p>Présentations en congrès : Poster</p> <ul style="list-style-type: none"> • Présentation des premiers résultats de la projection Thermique du Projet CarPE, Congrès de l'Association de Traitement Thermique et de Traitement de Surface (A3TS), 17-18 juin 2020, Nantes, France G. Darut, S. Dieu, A. Vignes, B. Schnuriger, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel , A. Vion, C. Berguery, J. Roquette, O. Le-Bihan • Emissions from metallic additive manufacturing – An occupational and environmental perspective, International Conference on Safe production and use of nanomaterials, Nanosafe 2020, November 16-20, 2020 – Digital Conference, France S. Dieu, A. Vignes, G. Darut, B. Schnuriger, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel, A. Vion, C. Berguery, J. Roquette, O. Le-Bihan

Année	Valorisation scientifique du projet
2021	<p>Présentations orales en congrès</p> <ul style="list-style-type: none"> Exposure to nanoparticles in thermal spraying - Vigilance towards the operator and the outside environment, ITSC 2021; Virtual Conference, 24-28 mai 2021 <i>G. Darut, S. Dieu, L. Meunier, B. Schnuriger, A. Vignes, O. Le Bihan, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel, A. Vion</i> Emissions from metallic powder and high energy-based process - thermal spraying knowledge refresh, ITSC 2021; Virtual Conference, 24-28 mai 2021 <i>G. Darut, S. Dieu, B. Schnuriger, A. Vignes, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel, A. Vion, C. Berguery, J. Roquette, O. Le Bihan</i> <p>Publications dans les proceedings</p> <ul style="list-style-type: none"> Emissions from metallic powder and high energy-based process - Thermal spraying, powder atomization and additive manufacturing – knowledge refresh, Journal of Cleaner Production, Volume 303, 20 June 2021, 126952 <i>G. Darut, S. Dieu, B. Schnuriger, A. Vignes, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel, A. Vion, C. Berguery, J. Roquette, O. Le Bihan</i> Exposure to Nanoparticles in Thermal Spraying — Vigilance Towards the Operator and the Outside Environment, ITSC ISI Proceedings, No: itsc2021p0461, pp. 461-472; 12 pages, Juin 2021, https://doi.org/10.31399/asm.cp.itsc2021p0461 <i>G. Darut, S. Dieu, L. Meunier, B. Schnuriger, A. Vignes, O. Le Bihan, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel, A. Vion, C. Berguery, J. Roquette</i>
2022	<p>Abstract : Poster</p> <ul style="list-style-type: none"> Analyse des émissions de particules en projection plasma, de l'opérateur aux rejets environnementaux, Conférence INRS Mutation rapide des procédés : quels risques professionnels pour quelles démarches de prévention, 28-30 juin 2022, Nancy, France. <i>G. Darut, S. Dieu, L. Meunier, B. Schnuriger, A. Vignes, O. Le Bihan, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel, A. Vion, C. Berguery, J. Roquette</i>
2023	<p>Présentation en congrès : Poster</p> <ul style="list-style-type: none"> Caractérisation des émissions d'aérosol des procédés de métallurgie des poudres métalliques à haute températures, Congrès Français sur les Aérosols (CFA), 15-16 mars 2023 – Paris <i>S. Dieu, L. Meunier, G. Darut, A. Vignes, C. Dutouquet, M. Morgeneyer, F. Lezzier, F. Devestel, A. Vion, C. Berguery, J. Roquette, B. Schnuriger, O. Le Bihan</i> <p>Publication scientifique</p> <ul style="list-style-type: none"> Soumission - "Journal of Cleaner Production" <i>S. Dieu, L. Meunier, C. Dutouquet, G. Darut, A. Vignes et al</i> Soumission - "Journal of thermal spray technology" <i>G. Darut, S. Dieu, L. Meunier, C. Dutouquet, A. Vignes et al</i>

L'ADEME EN BREF

À l'ADEME - l'Agence de la transition écologique -, nous sommes résolument engagés dans la lutte contre le réchauffement climatique et la dégradation des ressources.

Sur tous les fronts, nous mobilisons les citoyens, les acteurs économiques et les territoires, leur donnons les moyens de progresser vers une société économe en ressources, plus sobre en carbone, plus juste et harmonieuse.

Dans tous les domaines - énergie, économie circulaire, alimentation, mobilité, qualité de l'air, adaptation au changement climatique, sols... - nous conseillons, facilitons et aidons au financement de nombreux projets, de la recherche jusqu'au partage des solutions.

À tous les niveaux, nous mettons nos capacités d'expertise et de prospective au service des politiques publiques.

L'ADEME est un établissement public sous la tutelle du ministère de la Transition écologique et du ministère de l'Enseignement supérieur, de la Recherche et de l'Innovation.

LES COLLECTIONS DE L'ADEME



FAITS ET CHIFFRES

L'ADEME référent : Elle fournit des analyses objectives à partir d'indicateurs chiffrés régulièrement mis à jour.



CLÉS POUR AGIR

L'ADEME facilitateur : Elle élabore des guides pratiques pour aider les acteurs à mettre en œuvre leurs projets de façon méthodique et/ou en conformité avec la réglementation.



ILS L'ONT FAIT

L'ADEME catalyseur : Les acteurs témoignent de leurs expériences et partagent leur savoir-faire.



EXPERTISES

L'ADEME expert : Elle rend compte des résultats de recherches, études et réalisations collectives menées sous son regard.



HORIZONS

L'ADEME tournée vers l'avenir : Elle propose une vision prospective et réaliste des enjeux de la transition énergétique et écologique, pour un futur désirable à construire ensemble.



PROJET CARPE Caractérisation et réduction des émissions des procédés de métallurgie des poudres métalliques à hautes énergies

Le projet CarPE a pour originalité l'étude des émissions particulaires canalisées et diffuses des procédés de métallurgie des poudres métalliques. En plus de ces émissions, l'efficacité de filtration, l'exposition des personnels ainsi que la pulvéulence des poudres ont également été suivies.

L'objectif était la réduction de l'ensemble de ces émissions en combinant au préalable une étude bibliographique, des campagnes de mesures et pour finir la recherche de voies d'amélioration. Le projet s'est donc focalisé sur trois procédés que sont la projection thermique à pression atmosphérique, la fabrication additive et l'atomisation.

Pour les procédés de projection thermique testés dans ce projet, bien que les efficacités de filtration en poussières totales dépassent 90 %, il a été mis en évidence l'émission de particules nanostructurées dans des proportions non négligeables. Pour tous les procédés, les émissions diffuses et de possibles expositions ont pu être mises en évidence avec des disparités selon les installations.

Les résultats obtenus ont permis d'ouvrir des

Les émissions canalisées et diffuses, les efficacités de filtration ainsi que la pulvéulence des poudres ont pu être étudiées pour des procédés de métallurgie des poudres métalliques tels que la projection thermique, la fabrication additive et l'atomisation. Ainsi, les émissions ont pu être caractérisées dans le but de les réduire pour une meilleure protection des travailleurs et de l'environnement.

