

ZOOM SUR...

ISO 14644-2 : la mise en place
du monitoring environnemental
des particules

P.11

SCIENCES & TECHNIQUES

Les virus dans l'environnement
et leur impact en santé publique

P.43

ENCEINTES SÉPARATIVES

Le nettoyage des isolateurs
et des postes de sécurité microbologique

P.49

FÉVRIER-MARS 2022 NUMÉRO 133

BIMESTRIEL ISSN 1291-6978

SALLES PROPRES

N°133 LE MAGAZINE DE LA **MAÎTRISE DE LA CONTAMINATION**



DOSSIER

**Nettoyage et désinfection
des surfaces**



FOCUS

**SOLUTIONS
LOGICIELLES POUR
LA SURVEILLANCE**

P.36

ILS ONT PARTICIPÉ À CE NUMÉRO



Pierre Chazelle
Theraxel

Quality Assurance Manager

Contact

22 rue de la Chartreuse
21200 Beaune
Tél. : 06 08 47 51 17
E-mail : pierre.chazelle@theraxel.fr
www.theraxel.fr



David Cheung
ECP

Ingénieur R&D

Contact

395 rue Louis Lépine
34000 Montpellier
Tél. : 04 67 22 40 95
Fax : 04 67 22 49 90
E-mail : david.cheung@ecp-cleaning.com
www.ecp-cleaning.com

Delphine Faye, Cnes



Céline Janvier
Staphyt Regulatory

Experte efficacité

Contact

57 rue Président Edouard
Herriot
69002 Lyon
Tél. : 07 76 87 73 39
E-mail : cjanvier@staphyt.com
www.staphyt.com/fr/



Stéphane Bredeau
Dense Fluid Degreasing SA

Ingénieur chimie
des matériaux

Contact

ZI Aéronautique Sud
149 av. du Brézet
63100 Clermont-Ferrand
Tél. : 06 52 30 41 76
E-mail : stephane.bredeau@dfd-co2.com
www.dense-fluid-degreasing.com/fr/

Julie Chapelain,
Dense Fluid Degreasing
Dominique Rossignol,
Dense Fluid Degreasing



Sophie Alain
Microbiology Department
and medical Genomic Unit,
CHU de Limoges,

Pr, MD PhD

Contact

IFR GEIST, Medical Faculty
2 rue du Dr Marcland
87025 Limoges, France
Tél. : 05 55 05 67 24
Fax : 05 55 05 67 22
E-mail : sophie.alain@unilim.fr
www.unilim.fr

Mathias Courant,
UMR Inserm 1092
Victor Vincentz,
Steriluv by Concept Light



Jean-Guillaume Pastel
Igienair

Responsable national audit
contrôle et conseil

Contact

2 rue des Communes
78260 Achères
Tél. : 01 39 28 10 00
E-mail : jg.pastel@igienair.com
www.igienair.com

Fabrice Beaujard,
Igienair



Tony Wattrelot
HeX & Safyr

Directeur et responsable
du management

Contact

1 square Rameau
59800 Lille
Tél. : 03 10 38 48 48
Fax : 03 10 38 48 58
E-mail : tony.wattrelot@hex-group.eu
www.hex-group.eu



India Leclercq
Unité de recherche
et d'expertise environnement
et risques infectieux (ERI),
Cellule d'intervention
biologique d'urgence (CIBU)

PhD - maître de conférences
université de Paris

Contact

Inst. Pasteur 28 rue du
Dr Roux 75724 Paris cedex 15
Tél. : 01 45 68 84 17
india.leclercq@pasteur.fr
www.pasteur.fr/fr

Thomas Labadie, C. de biologie
structurale, univ. de Montpellier
Jean-Claude Manuguerra,
ERI-CIBU
Christophe Batéjat, ERI-CIBU



Olivier Gautier
Texwipe

European Sales Manager

Contact

Saffierlaan 5
2132 VZ Hoofddorp,
Netherlands
Tél. : +31 88 1307 441
E-mail : ogautier@itw-cc.com
www.texwipe.com

RÉPERTOIRE DES ANNONCEURS

AFPRO Filters.....	Couv. 2
ASPEC.....	35
Batimpro Charrier.....	29
Bioquell.....	9
BWT France SAS.....	12
CIAT.....	17
Contec INC.....	4
GL Events Exhibitions	
Industrie.....	37
HEX Group.....	45
Icare.....	23
Laurenty.....	25
Oxypharm.....	Couv. 4
Piercan.....	41
PYC Média.....	6,10
SALON ContaminexpoCouv.	3
Vêpres.....	13
VWR International SAS.....	47

OPTIQUE

Étude de procédés de nettoyage avancé pour les surfaces optiques sensibles

Par D. CHEUNG, ECP, et D. FAYE, Cnes

Une étude a permis d'évaluer différents procédés de surface en termes d'efficacité de nettoyage, d'impact sur les matériaux et de facilité de mise en œuvre. L'objectif est de pouvoir proposer un ou plusieurs procédés applicables aux matériaux sensibles, afin de garantir des surfaces exemptes de contamination et limiter tout risque de défaillance.

La contamination est considérée comme une problématique majeure dans tous les secteurs d'activité de pointe, avec des exigences de propreté de plus en plus strictes, en l'occurrence pour les pièces sensibles du spatial telles que les optiques ou certains équipements embarqués pour lesquels la propreté de surface est critique, où le moindre contaminant (particulaire ou moléculaire) peut nuire aux performances. Dans le cas de dépassement des seuils de propreté, des nettoyages peuvent être recommandés. De plus, la manipulation de ce type de surface

sensible n'étant pas des plus aisées, les techniques de nettoyage sans contact direct avec la surface sont privilégiées, afin de ne pas dégrader le matériau après traitement. Cette étude sur le nettoyage des contaminants moléculaires fait suite à des travaux précédents où la contamination particulaire avait été principalement abordée. Elle rassemble l'ensemble des essais réalisés sur divers matériaux sélectionnés, en fonction du type de nettoyage testé. Une campagne de caractérisation a été menée, associée à une méthodologie adaptée de contrôle de la contamination moléculaire, avant et après chaque

traitement. Les résultats obtenus ont permis d'évaluer chaque procédé testé en termes d'efficacité de nettoyage, d'impact sur les matériaux et de facilité de mise en œuvre. L'objectif est de pouvoir proposer un ou plusieurs procédés applicables aux matériaux sensibles, afin de garantir des surfaces exemptes de contamination et ainsi limiter tout risque de défaillance.

Sélection des surfaces de test

Les surfaces sélectionnées dans le cadre de cette étude sont représentatives des surfaces sensibles de satellites (verres, miroirs...) et des surfaces critiques dans un proche environnement. Il s'agit ici de procéder à l'évaluation des procédés de nettoyage sur des éprouvettes ou échantillons fournis par les partenaires du projet (Cnes, Thales Alenia Space, Airbus Defence & Space, Sodern), tels que :

- les surfaces sensibles (verres, miroirs...);
- les surfaces qui peuvent être sources de contamination pour les surfaces sensibles (céramiques,

composites, tresses ou brins thermiques, peintures, revêtements, traitements spécifiques...).

Pour ce faire, des essais de décontamination ont été réalisés sur un total de dix éprouvettes représentatives des matériaux concernés (figure 1).

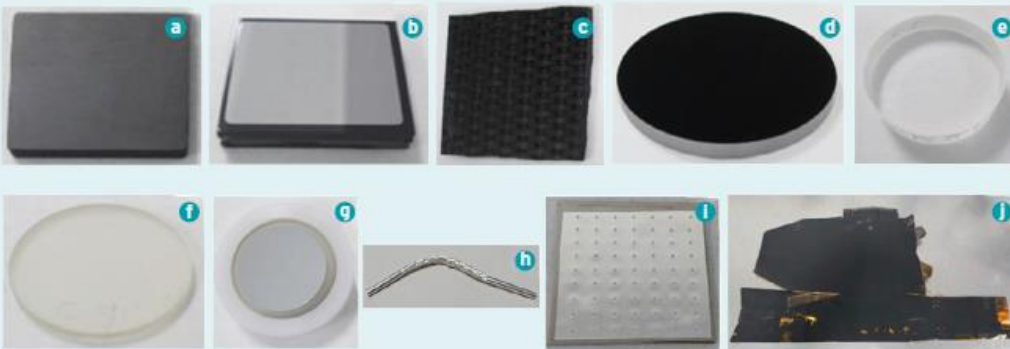
Sélection des procédés de nettoyage pour l'étude

Il a été décidé de tester cinq procédés de nettoyage, décrits ci-après.

Nettoyage par laser

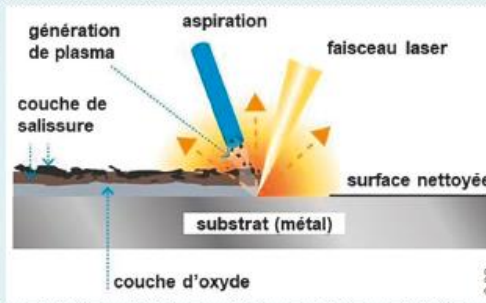
Le nettoyage par laser repose sur une réaction photomécanique induite par l'interaction entre un laser de forte puissance instantanée et une couche polluée (graisse, huiles, oxydes, peintures, vernis, résidus de cuisson...). L'impulsion lumineuse transforme les premiers micromètres de la couche à éliminer en plasma fortement comprimé. La détente de ce plasma engendre une onde de choc qui éjecte les polluants sous forme de fines particules (figure 2).

1 Éprouvettes choisies pour les essais



a. céramique (SiC) ; b. argenture (SiC revêtu Ag) ; c. composite (époxy et fibres de carbone) ; d. substrat aluminium avec revêtement Acktar ; e. lame de verre (SiO₂) ; f. témoin antireflet (SiO₂ + traitement Hydra) ; g. échantillon miroir (Zerodur revêtu Ag) ; h. tresse thermique (cuivre argenté) ; i. plaque SSM Ag Sheldahl ; j. MLI peinte (MAP PNC).

2 Exemples de nettoyage par laser



L'impulsion lumineuse transforme les premiers micromètres de la couche à éliminer en plasma fortement comprimé.

3 Équipement utilisé pour les essais de désorption sous vide



Le vide secondaire est atteint grâce à une pompe turbomoléculaire. La chauffe est pour sa part assurée par un ruban chauffant à l'extérieur de l'enceinte.

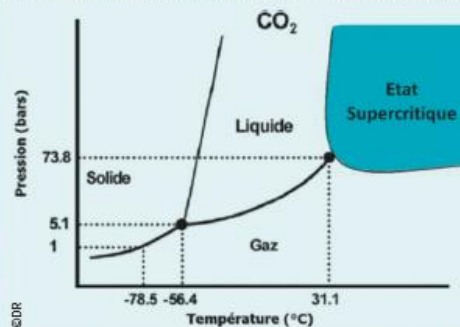
En termes d'avantages, il s'agit d'un procédé sec, l'utilisation mobile est possible (selon les conditions) et il peut être automatisé par un bras de robot. En revanche, le paramétrage reste très complexe (notamment le réglage de la focalisation sur le type de surface à traiter). Il est souvent peu compatible avec les matériaux polymères (avec un risque de dénaturation ou détérioration). Par ailleurs, les précautions les plus strictes sont à prendre en considération, au niveau des protections des manipulateurs (lunettes adéquates, gants...). Enfin, il convient d'assister le procédé avec un dispositif d'aspiration, afin d'évacuer les résidus gazeux et particulaires potentiellement générés.

Procédé de désorption sous vide

Il s'agit d'un étuvage en enceinte sous vide, permettant d'évacuer au maximum les contaminants volatils présents à la surface des matériaux. Dans le cas présent, le vide secondaire est atteint grâce à une pompe turbomoléculaire, et la chauffe (à une température de 100 °C) est assurée par un ruban chauffant se trouvant à l'extérieur de l'enceinte (figure 3). La durée de traitement a été fixée à 24 heures pour l'ensemble des échantillons testés.

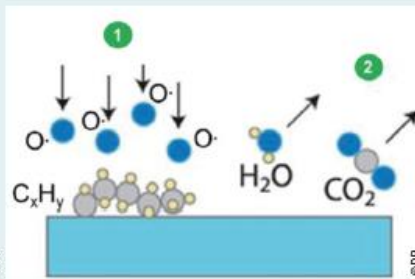
Le procédé est applicable à la plupart des matériaux et ne nécessite aucun consommable (fluide ou solide). En revanche, le temps de process sera plus ou moins long si on veut obtenir un maximum de dégazage des matériaux. De plus, on se retrouve rapidement limité par la taille des pièces, du fait des dimensions de la chambre de désorption ($\varnothing \times l = 100 \times 140$ mm). →

4 Équipement utilisé pour les essais de nettoyage par CO₂ supercritique



L'état supercritique est obtenu en autoclave.

5 Exemple de nettoyage par plasma atmosphérique



1. espèces réactives générées par plasma. 2. évacuation sous forme de résidus gazeux.

6 Exemples de nettoyage par CO₂ spray



Cette technique consiste à projeter des pastilles de CO₂ solide à - 80 °C et forte pression sur la surface à nettoyer.

→ Nettoyage par CO₂ supercritique

Le nettoyage par fluide supercritique repose sur le principe du quatrième état de la matière. En plus de l'état solide, liquide et gazeux, il peut exister dans certains cas un état dit supercritique qui se met en place à très hautes pressions et températures (figure 4).

Cet état supercritique est produit dans une enceinte fermée (appelée autoclave) où se trouve la pièce à décontaminer. Des fluides supercritiques typiques sont le CO₂ (cas de l'étude) et l'eau. Il s'avère que cette technique est particulièrement utilisée pour éliminer toute sorte de résidu moléculaire, notamment la contamination organique telle que les huiles de coupe, les hydrocarbures, les composés indésirables... Elle possède ainsi un haut pouvoir dégraissant et d'extraction (on peut citer l'exemple de l'élimination du trichloroanisole présent dans le liège, responsable du goût de bouchon), mais est peu compatible avec les matériaux élastomères. De par son utilisation en enceinte fermée, cette technique reste limitée par la taille des pièces à nettoyer.

Nettoyage par plasma atmosphérique

Ce type de traitement repose sur l'utilisation d'un gaz plasma généré à pression atmosphérique. Contrairement au plasma basse pression qui nécessite l'utilisation d'une enceinte sous vide, le plasma atmosphérique peut être utilisé en conditions ambiantes, à l'aide d'une buse que l'on va pouvoir appliquer directement sur la surface à décontaminer. On parle souvent de torche plasma, en raison de la « flamme » visible produite en sortie de buse (de différentes géométries : plume ou large faisceau).

Le procédé est sec mais nécessite l'utilisation de gaz spécifiques (O_2 , N_2 , Ar...), avec génération de résidus gazeux. Par ailleurs, en fonction des paramètres choisis et du type de matériau polymère à traiter, il peut présenter un risque de dégradation de la surface (figure 5).

Nettoyage par CO_2 spray

Le nettoyage par CO_2 spray, appelé aussi la technique de cryogénie, se caractérise par une projection de pastilles de CO_2 solide d'une température d'environ $-80^\circ C$ sous forte pression sur la surface à nettoyer. Par l'effet de sublimation, les pastilles se transforment directement en gaz au moment de l'impact sur

la surface à nettoyer. Les principaux contaminants traités sont les particules et les molécules, cette technique est particulièrement efficace vis-à-vis des résidus organiques et dans le but d'ébavurage. L'opération s'effectue sous une hotte avec une aspiration d'air pour évacuer immédiatement les contaminants après l'effet de sublimation (figure 6).

Un avantage majeur de cette méthode réside dans le fait qu'il s'agit d'un procédé sec. En revanche, la génération de CO_2 gazeux nécessite une surveillance toute particulière de l'air ambiant où se trouve l'opérateur qui applique ce traitement, afin de limiter les risques d'intoxication.

Enfin, par expérience, cette technique est moins bien adaptée aux matériaux souples et aux revêtements sensibles, en raison du risque d'endommagement.

Méthodologie et contrôle de la contamination moléculaire associée

Méthodologie

Afin d'évaluer l'efficacité de décontamination des divers traitements testés, nous avons procédé à une contamination volontaire des éprouvettes, puis au nettoyage de ces dernières selon les techniques sélectionnées. Le contrôle de la contamination résiduelle après

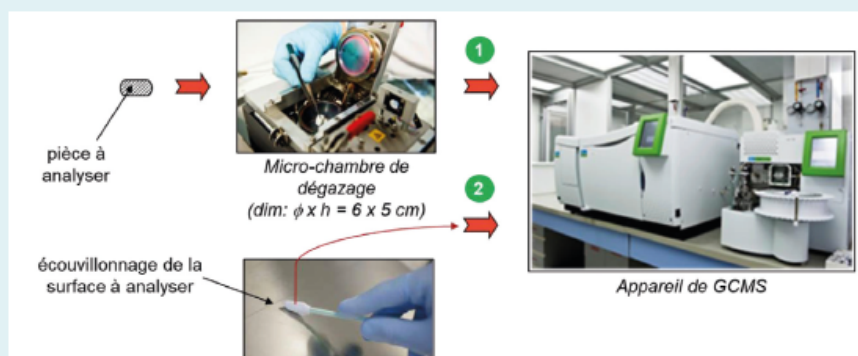
traitement comparé à la contamination initiale de l'éprouvette détermine ainsi le gain apporté par telle ou telle méthode.

Protocole de contamination volontaire des échantillons

Trois composés organiques, issus des familles de contaminants qui sont systématiquement surveillés dans le domaine du spatial, en référence à la norme ECSS-Q-ST-70-05C, ont été choisis pour l'étude :

- le décaméthylcyclopentasiloxane (de la famille des silicones) ;
- le tributylphosphate (de la famille des hydrocarbures) ;
- le DBP ou dibutylphthalate (de la famille des esters). →

7 Protocoles d'extraction pour la contamination moléculaire



1. par dégazage ; 2. par écouvillonnage.

A Synthèse des résultats d'efficacité de nettoyage des procédés testés sur échantillons sélectionnés, contaminés chimiquement

Type d'échantillon	Désorption sous vide	CO ₂ supercritique	Plasma atmosphérique	CO ₂ spray
Temps de traitement	24 h	30 min	< 1 min	< 1 min
Céramique (SiC)	100 %	99 %	60 %	99 %
Argenture (SiC + Ag)	Non détecté	97 %	91 %	93 %
Composite (époxy)	99 %	97 %	86 %	94 %
Alu + revêtement Acktar	100 %	100 % (siloxane)	97 % (siloxane)	69 %*
Lame de verre (SiO ₂)	50 %	98 %	73 % (DBP)	95 %
Antireflet (SiO ₂)	99 %	99 %	97 %	99 %
Miroir (Zerodur + Ag)	83 %	98 %	99 %	Test qualitatif*
Tresse thermique (Cu argenté)	100 %	99 %	NA	77 %*
SSM Sheldahl	100 %	100 %	100 %	100 %*
MLI (Kapton + PNC)	Non testé	Non testé	Test qualitatif	Test qualitatif*
Moyenne	91 %	98 %	89 %	91 %

* Échantillons ayant montré des traces d'altération de la surface à l'issue du traitement).

→ Contrôle de la contamination moléculaire

Les contaminants à détecter étant de nature organique, la technique de GCMS (chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse) a été choisie pour l'identification et la quantification des divers composés moléculaires. On distingue deux protocoles d'extraction distincts (figure 7), selon le type de contamination moléculaire visé :

- la contamination organique de surface, par lixiviation ou écouvillonnage de la pièce, à l'aide d'un solvant approprié. Le solvant (méthanol) est ensuite directement analysé en GCMS ;
- la contamination moléculaire volatile, par l'utilisation d'une microchambre de dégazage dans laquelle l'échantillon peut être introduit, puis chauffé à la température préconisée. La chambre est balayée par un flux gazeux

(gaz vecteur) qui va transporter tous les composés volatils dégazés vers un tube contenant un adsorbant (en général du Tenax), placé dans un piège froid. Ce tube pourra ensuite être thermodésorbé à haute température et tous les composés piégés auparavant seront analysés par l'équipement de GCMS. Dans le cadre de l'étude, les conditions retenues sont : dégazage à 60 °C, sous azote, pendant 48 heures.

Résultats

Synthèse en termes d'efficacité de nettoyage des procédés testés

Dans le cas du nettoyage par laser, les résultats obtenus n'ayant pas permis d'aboutir à une évaluation correcte à proprement parler, ils ne seront pas présentés dans le cadre de cette étude. Le **tableau A** rassemble donc les valeurs moyennes d'efficacité de traitement de la contamination moléculaire, obtenues à l'issue des différents tests réalisés sur les échantillons sélectionnés, en fonction du type de procédé appliqué, hors laser. Les mesures ont donné des résultats plus ou moins cohérents, mis à part quelques échantillons, pouvant être liés aux incertitudes ou éventuelles erreurs de manipulation.

Par ailleurs, le cas du revêtement Acktar est assez particulier. Il s'avère que ce type de revêtement a la particularité d'être très poreux, et en l'occurrence possède des propriétés adsorbantes vis-à-vis de la contamination moléculaire. Dans de nombreux cas, nous avons pu observer des valeurs plus élevées de certains composés organiques (en particulier sur les composés tributylphosphate et dibutylphthalate) après traitements. Une des hypothèses serait que le protocole de prélèvement de la contamination moléculaire appliqué ne soit pas adapté aux revêtements poreux (température ou durée de dégazage insuffisants), ce qui expliquerait une augmentation des valeurs de contamination alors que l'on s'attend à une diminution des concentrations par rapport aux valeurs témoins. Au global, on constate que le traitement par CO₂ supercritique affiche les meilleurs résultats d'efficacité de nettoyage pour la

plupart des échantillons, induisant la moyenne d'efficacité la plus élevée par rapport aux autres procédés évalués. L'ordre de performance des procédés testés, en termes d'efficacité de nettoyage est le suivant :

CO₂ supercritique > désorption sous vide ≈ CO₂ spray > plasma atmosphérique

Le procédé de nettoyage par laser, trop invasif, n'a pas été inclus dans ce classement, du fait des résultats peu cohérents obtenus.

Évaluation de la compatibilité des matériaux en fonction des procédés testés

Parmi les techniques de nettoyage testées dans le cadre de cette étude, seuls deux procédés ont révélé, visuellement, une certaine altération de la surface à l'issue du traitement. Il s'agit du nettoyage par laser et du nettoyage par CO₂ spray.

Sur les surfaces peintes (peinture MAP PNC sur MLI et revêtement Acktar sur substrat aluminium), le traitement par laser a tendance à laisser des traces dues aux impacts du faisceau pulsé. Le type de dégradation

s'apparenterait plus à une « décoloration » de la surface. Sur revêtement miroir (Zerodur + Ag) et sur plaque SSM Sheldahl, le traitement par laser a la capacité de retirer de la matière par ablation. De façon similaire, le traitement par CO₂ spray a généré différents types d'altération en fonction des diverses surfaces évaluées :

- « décoloration » sur revêtement Acktar ;
- modification d'aspect sur plaque SSM Sheldahl et tresse thermique (cuivre argenté) ;
- retrait de la matière sur MLI peinte (PNC) et revêtement miroir (Zerodur + Ag).

Conclusions

Le nettoyage par laser n'a pas permis d'aboutir à des résultats cohérents. Mis à part sur deux échantillons, les valeurs obtenues des essais de traitement sont peu exploitables et ne permettent pas une évaluation correcte. Par ailleurs, le procédé a montré qu'il pouvait générer une certaine altération des surfaces peintes, voire une dégradation de la surface fonctionnelle. Par conséquent, au vu des résultats

issus des essais réalisés et des défauts occasionnés par le traitement sur les échantillons concernés, le procédé de nettoyage par laser n'est pas une technique à préconiser pour les matériaux sensibles du spatial.

Dans l'ensemble, le procédé de désorption sous vide a donné de très bons résultats sur la plupart des échantillons, en termes d'efficacité de nettoyage (91 % en moyenne). Le procédé de désorption sous vide s'apparente à la technique du « bake-out », utilisée de façon courante pour faire dégazer les matériaux polymères. Les principaux inconvénients de cette technique sont le temps de traitement (typiquement entre un et plusieurs jours) et la limitation par la taille des pièces à traiter.

Le nettoyage par CO₂ supercritique est le procédé qui affiche les meilleurs résultats d'efficacité de traitement sur l'ensemble des échantillons (≥ 97 %). Le principal inconvénient de cette technique, à ce jour, réside dans la limitation par la taille des pièces à traiter. En effet, le partenaire spécialisé dans le CO₂ supercritique avec qui nous avons réalisé les essais dispose d'une enceinte autoclave avec les dimensions suivantes : 300 mm de diamètre sur 440 mm de profondeur. L'équipement serait adapté aux pièces pouvant tenir dans ce volume (pièces mécaniques, éléments individuels) mais ne pourra pas traiter des grandes structures ou autres parties de satellites plus ou moins volumineuses.

Le procédé de nettoyage par plasma atmosphérique a donné également de bons résultats sur quelques échantillons, en termes d'efficacité de nettoyage (89 % en moyenne). Sur l'ensemble des échantillons évalués, il n'a pas

été constaté d'altération particulière des matériaux traités. L'utilisation de la torche plasma en mode manuel n'est pas préconisée pour des raisons de sécurité, il sera préférable d'associer la buse plasma à une table xyz ou un bras robotisé. De plus, la génération de résidus gazeux (ozone, par exemple) pendant le traitement nécessite l'utilisation du procédé dans une pièce ventilée ou dans une cabine spécifique équipée de système d'extraction.

Le procédé de nettoyage par CO₂ spray a donné également de bons résultats sur la plupart des échantillons, en termes d'efficacité de nettoyage (91 % en moyenne). En revanche, c'est le procédé qui a généré le plus de défauts en termes d'altération de surface, de la simple décoloration au retrait de matière, en passant par la modification d'aspect. De même que pour le procédé par plasma atmosphérique, il faudra prendre en considération la génération de résidus gazeux lors du traitement. Il est donc fortement conseillé d'appliquer le procédé dans une pièce ventilée ou dans une cabine spécifique équipée de système d'extraction. Par conséquent, le procédé de nettoyage par CO₂ spray ne peut pas être généralisé à tout type de matériau, notamment les matériaux souples ou revêtements sensibles qui vont subir les impacts des minicristaux de CO₂. Il est fortement conseillé de réaliser des essais de faisabilité au préalable avant de lancer le traitement à grande échelle. ■

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- **NF EN ISO 14644-10**, Salles propres et environnements maîtrisés apparentés - Partie 10 : Classification de la propreté chimique des surfaces, 2013.
- **NF EN ISO 14644-13**, Salles propres et environnements maîtrisés apparentés - Partie 13 : Nettoyage des surfaces afin d'obtenir des niveaux de propreté par rapport aux classifications particulière et chimique, 2017.
- **ECSS-Q-ST-70-05C**, Space product assurance - Detection of organic contamination of surfaces by infrared spectroscopy, 2019.
- **ECSS-Q-ST-70-54C**, Space product assurance - Ultracleaning of flight hardware, 2017.
- **D. Cheung**, *Évaluation de procédés de décontamination adaptés aux grandes structures optiques*, ContaminExpert 2017.

Le Cnes et ECP tiennent à remercier Thales Alenia Space, Airbus Defence & Space et Sodern pour avoir fourni les échantillons nécessaires à cette étude, financée par le Cnes.