

NORME INTERNATIONALE

**ISO
8672**

Première édition
1993-02-15

Qualité de l'air — Détermination de la concentration en nombre de fibres inorganiques en suspension dans l'air par microscopie optique en contraste de phase — Méthode du filtre à membrane

*Air quality — Determination of the number concentration of airborne
inorganic fibres by phase contrast optical microscopy — Membrane filter
method*



Numéro de référence
ISO 8672:1993(F)

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Description générale de la méthode	1
3 Appareillage et technique de prélèvement	1
4 Évaluation	4
5 Sources d'erreurs	7
6 Rapport d'essai	8

Annexes

A Méthode de montage acétone-triacétine	9
B Réticule d'oculaire	11
C Lame test HSE/NPL (Marque II) pour la détermination de la limite de détection en microscopie en contraste de phase	13
D Exemples de la stratégie d'échantillonnage	15
E Étalonnage du débit et corrections	18
F Mesurage de la surface effective de filtration ISO 8672:1993	20
G Fiche de prélèvement de poussières 2d017edd5180/iso-8672-1993	21
H Méthode de réglage du microscope	23
J Modèle de fiche de comptage	24
K Bibliographie	25

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8672 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*.

ISO 8672:1993

Les annexes A, B et C font partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes D, E, F, G, H, J et K sont données uniquement à titre d'information.

Introduction

On ne peut définir la concentration des fibres inorganiques en suspension dans l'air et visibles en optique qu'en fonction des résultats obtenus par une méthode particulière de mesurage. En outre, l'expérience a montré que différents laboratoires appliquant la méthode de comptage optique sur filtre à membrane peuvent obtenir des résultats différents à partir du même échantillon, même s'il s'avère que ces laboratoires opèrent à partir d'une version écrite de la méthode, qui tente de définir toutes les variables.

Compte tenu de l'inhabituelle subjectivité de la méthode du filtre à membrane, il est important d'appliquer cette méthode avec soin et de l'associer à un plan de contrôle de la qualité.

L'Organisation mondiale de la santé a mis au point une variante de cette méthode à mettre en application dans les lieux de travail de l'industrie des fibres minérales synthétiques^[6]. Tout le domaine d'application est passé en revue dans^[7]. Il est recommandé d'utiliser cette revue comme aide à l'interprétation des résultats de cette méthode, en particulier lorsque celle-ci est appliquée en dehors des industries de transformation de l'amiante et des fibres minérales synthétiques.

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8672:1993
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5acdd8d5-4281-4b4e-ac15-2d017edd5180/iso-8672-1993>

Qualité de l'air — Détermination de la concentration en nombre de fibres inorganiques en suspension dans l'air par microscopie optique en contraste de phase — Méthode du filtre à membrane

1 Domaine d'application

1.1 Généralités

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la concentration en nombre de fibres inorganiques en suspension dans l'air par microscopie optique en contraste de phase au moyen de la méthode du filtre à membrane dans l'air des lieux de travail, telle qu'elle est définie par les critères de comptage exposés en 4.3.4.

1.2 Limites de la méthode

La méthode est applicable à l'échantillonnage de routine et à l'évaluation d'échantillons, tels qu'ils sont requis pour déterminer l'exposition des individus aux fibres et contrôler la présence de celles-ci sur les lieux de travail. Elle ne permet d'identifier ni la composition ni les caractéristiques de certains types de fibres, et son utilisation doit se limiter à l'air des lieux de travail où les fibres inorganiques prédominent.

L'utilisation de cette méthode a également des limites lorsque les échantillons contiennent des particules en plaquettes ou aciculaires et ne devrait donc pas être utilisée sans une connaissance approfondie de l'air du lieu de travail ou des matériaux utilisés. Il existe différentes méthodes analytiques qui permettent l'analyse approfondie d'échantillons complexes; par exemple microscopie en lumière polarisée, microscopie électronique.

Sur la base des paramètres prescrits dans la méthode, la limite inférieure théorique de détection pour un prélèvement de 8 h est 0,02 fibre/cm³; toutefois, la limite pratique est souvent 0,1 fibre/cm³ ou plus. Cela est dû au fait que les filtres témoins peuvent fréquemment receler plusieurs fibres comptables par

100 champs de réticule. Ces «fibres» sont en fait des impuretés sur le filtre ou des artéfacts issus du processus de clarification et qui ressemblent à des fibres. Ni le comptage de champs supplémentaires, ni l'augmentation de la durée de prélèvement ne permettent de surmonter le problème de la poussière d'arrière-plan, lorsque les fibres ne constituent qu'une faible partie du nuage de poussière.

Le support de montage proposé dans cette méthode a un indice de réfraction d'environ 1,45. Dans l'air des lieux de travail où peuvent se trouver des fibres ayant un indice de réfraction compris entre 1,4 et 1,5, il se peut que la méthode de montage acétone-triacétine ne convienne pas; auquel cas, on devra éventuellement recourir à d'autres supports de montage.

2 Description générale de la méthode

L'échantillon est prélevé par aspiration d'un volume d'air déterminé au travers d'un filtre à membrane au moyen d'une pompe alimentée par batterie. Le filtre est ensuite transformé de membrane opaque en un spécimen homogène et optiquement transparent. Les fibres sont alors mesurées et comptées à l'aide d'un microscope contraste de phase. Le résultat est exprimé en nombre de fibres par centimètre cube d'air, calculé à partir du nombre de fibres déposées sur le filtre et du volume d'air prélevé.

3 Appareillage et technique de prélèvement

3.1 Filtre

Des membranes filtrantes (mélange d'esters de cellulose ou nitrate de cellulose) de 0,8 µm de porosité ou moins et de 25 mm de diamètre doivent être utilisées.

3.2 Support de filtre

Il faut utiliser un support de filtre ouvert équipé d'un capuchon protecteur. La distance séparant l'ouverture du capuchon et le plan du filtre devrait être comprise entre une fois et demie et deux fois le diamètre interne du capuchon. Le diamètre interne du capuchon devrait être au moins égal au diamètre exposé du filtre, mais ne doit pas être supérieur à celui-ci de 2 mm. La figure 1 indique deux configurations possibles.

Le capuchon métallique sert à protéger le filtre d'une contamination accidentelle. Un capuchon protecteur conducteur est préférable à un capuchon en plastique à cause du risque éventuel de perte de fibres due aux charges électrostatiques. Les supports de filtre doivent être lavés complètement avant réutilisation.

En raison de leur configuration, certains supports de filtre nécessitent l'utilisation d'une membrane support secondaire de porosité supérieure.

Le but de cette membrane secondaire est d'assurer une répartition uniforme de l'air à travers le filtre primaire.

3.3 Stockage et transport

Aucun fixatif ne doit être utilisé.

L'expérience a démontré qu'il est inutile et déconseillé de fixer les fibres sur la surface du filtre à l'aide d'un fixatif cytologique ou autre.

Les filtres doivent être transportés sur des supports fermés qui ne doivent être ouverts qu'immédiatement avant utilisation et être refermés hermétiquement immédiatement après.

Il est également possible de transférer le filtre dans une boîte de Petri de la manière suivante.

À l'aide de pinces dans une zone exempte de poussières, enlever soigneusement de son support chaque filtre utilisé en prenant soin de le saisir par le bord non exposé. Placer le filtre, poussières vers le haut, dans une boîte de Petri en plastique ou un récipient similaire. Maintenir le filtre au fond de la boîte à l'aide d'un ou de deux morceaux de ruban adhésif sur le bord non exposé. Après transport, le filtre peut être retiré facilement de la boîte à l'aide d'un scalpel.

Conditionner les supports de filtre ou les boîtes de Petri dans un emballage rigide contenant une quantité suffisante de matériaux protecteurs destinés à préserver les filtres d'écrasement et de vibrations. Les échantillons doivent être étiquetés sans ambiguïté. On s'assurera que les filtres ne risquent pas d'être réutilisés accidentellement. Il est déconseillé de marquer les filtres en raison des risques de détérioration.

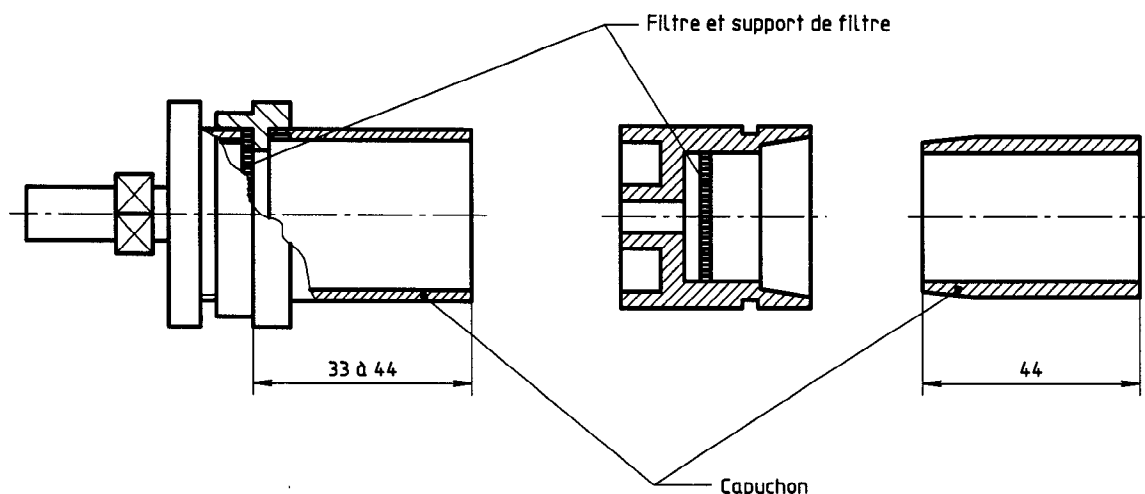


Figure 1 — Supports de filtre

3.4 Pompe de prélèvement

Un ensemble pompe-batterie portatif doit être utilisé pour le prélèvement individuel. La capacité de la batterie doit être suffisante pour permettre à la pompe de fonctionner sans défaillance pendant la durée du prélèvement choisie. Le flux doit être exempt de pulsations. On pourra considérer comme critère expérimental minimal l'absence de vibration du flotteur de rotamètre lorsque ce dernier est connecté au support de filtre.

Bien que certaines pompes soient équipées d'atténuateurs de pulsations, il peut être nécessaire d'en ajouter un entre la pompe et le filtre. Ne jamais faire fonctionner la pompe sans filtre.

Les tubes de connexion doivent être assez fermes pour éviter qu'ils ne se coudent sous l'effet de la pression. Les connexions doivent être maintenues étanches.

3.5 Débit

Le débit doit être réglé approximativement à 1 l/min, ce qui correspond approximativement à une vitesse d'air de 4 cm/s à la surface du filtre. L'adaptation de la densité de l'échantillon à l'intervalle prescrit en 3.6 s'effectue en ajustant la durée de prélèvement comme indiqué en 3.8. Le débit doit être vérifié au moins avant et après chaque prélèvement. Lorsque la différence est supérieure à 10 % par rapport au débit initial, l'échantillon doit être éliminé. Si on utilise un débitmètre externe pour le mesurage du débit, on doit prendre soin de vérifier qu'il ne provoque pas de variation du débit. Les mesurages du débit dans la ligne d'échantillonnage par la méthode de la bulle de savon, avec et sans débitmètre externe, en permet la détermination. Le débitmètre utilisé doit pouvoir donner une précision de $\pm 5\%$ par rapport à la valeur vraie (avec un niveau de confiance de 95 %).

Voir annexe E pour l'étalonnage du débit,

3.6 Densité admissible du débit

3.6.1 Densité minimale

La densité de fibres doit être supérieure à 50 fibres/mm² (c'est-à-dire environ 0,4 fibre/champ du réticule de Walton & Beckett). Dans des cas particuliers (par exemple lorsqu'une faible précision de la concentration est acceptable), une densité de 20 fibres/mm² peut être suffisante (c'est-à-dire environ 0,15 fibre/champ du réticule de Walton & Beckett).

La réduction de la densité minimale de fibres s'accompagne de coefficients de variation difficilement admissibles. Lorsqu'on doit mesurer de très faibles concentrations, on devrait tenir compte également des limites décrites en 1.2.

3.6.2 Densité maximale

La densité des fibres ne doit pas être supérieure à environ 650 fibres/mm² (5 fibres par champ du réticule moyennées sur tous les champs comptés) dans la majorité des cas. Il peut être nécessaire de réduire cette valeur à une moyenne de une fibre/champ du réticule en présence de poussières mixtes ou d'agglomérats, et cette valeur peut parfois être doublée en présence uniquement de fibres. Les densités moyennes supérieures à 5 fibres/champ du réticule ont tendance à entraîner une sous-estimation et devraient être considérées avec prudence.

3.7 Témoins

Dans chaque lot de filtres utilisés pour les prélèvements et dans chaque série de 25 filtres du lot, choisir un filtre soumis aux mêmes traitements que les autres filtres mais qui n'aura servi à aucun prélèvement et n'aura été fixé sur aucun travailleur. Si ce témoin donne un comptage supérieur à 5 fibres/100 champs du réticule, le mode opératoire complet d'échantillonnage et d'analyse doit être examiné avec attention pour découvrir la cause de la contamination.

Lorsque le comptage du témoin dépasse 5 fibres/100 champs du réticule et dépasse également de 10 % le nombre réel de fibres comptées sur l'un des échantillons, ces derniers ne sont pas acceptables pour déterminer l'exposition des travailleurs.

Cependant, l'analyse de ces échantillons peut demeurer utile pour la détermination de la conformité par rapport à une norme d'hygiène. En effet, lorsque malgré la contamination, la valeur de l'exposition mesurée est inférieure à celle autorisée par le règlement, la conformité demeure effective.

EXEMPLE

Le comptage des fibres d'un filtre témoin était de 15 fibres/100 champs du réticule (c'est-à-dire 0,15 fibre/champ) tandis que l'échantillon produisait 108 fibres/90 champs du réticule (c'est-à-dire 1,20 fibre/champ).

$$\frac{\text{Comptage du filtre témoin}}{\text{Comptage d'un échantillon}} (\%) =$$

$$\frac{0,15}{1,20} \times 100 = 12,5 \% \quad \dots (1)$$

Comme ce pourcentage dépasse 10 %, le prélèvement est rejeté. De plus, comme le filtre témoin a donné un comptage supérieur à 5 fibres/100 champs de réticule, la cause de la contamination doit être découverte et éliminée.

3.8 Durée de prélèvement unitaire recommandée

Tenant compte des considérations sur les densités de fibres telles que détaillées en 3.6, la durée d'échantillonnage t , en minutes, de chaque prélèvement peut être déterminée par application de l'équation suivante:

$$t = \frac{A}{a} \times \frac{L}{c_{\text{exp}}} \times \frac{1}{r} \quad \dots (2)$$

où

- A est l'aire effective de filtration, en millimètres carrés;
- a est l'aire, en millimètres carrés, du champ du réticule;
- c_{exp} est la concentration de fibres moyenne, en fibres par centimètre cube, espérée au cours d'un prélèvement unitaire;
- L est la densité de fibres requise, en nombre de fibres par champ du réticule;
- r est le débit, en centimètres cubes par minute.

Concernant le choix de la durée d'un prélèvement unitaire, le tableau 1 donne, à titre indicatif, les durées de prélèvements unitaires recommandées calculées sur la base de 2 fibres/champ du réticule. Lorsqu'il n'est pas possible d'utiliser ces valeurs, choisir les durées minimale et maximale permettant de faire un choix dans les limites des contraintes de 3.6. Si l'on ignore la concentration et si l'on vise le prélèvement de conformité, il est préférable que la durée d'un prélèvement unitaire corresponde à la limite supérieure appropriée.

Tableau 1 — Durée d'un prélèvement unitaire

Concentration fibres/cm ³	Durée d'un prélèvement unitaire		
	$t_{\text{min}}^{1)}$	$t_{\text{recommandé}}^{2)}$	$t_{\text{max}}^{3)}$
0,1	3,3 h	Durée du poste	Durée du poste
0,5	40 min	3 h	8 h
1	20 min	1,5 h	4 h
2	10 min	45 min	2 h
5	4)	20 min	1 h
10	4)	10 min	30 min
20	4)	10 min	10 min

1) 0,4 fibre/champ du réticule équivalent à 50 fibres/mm².

2) 2 fibres/champ du réticule.

3) 5 fibres/champ du réticule.

4) Les temps de prélèvement inférieurs à 10 min ne sont pas recommandés.

La durée de prélèvement doit être mesurée à $\pm 2,5 \%$ près.

NOTE 1 Les synchronisateurs ou compteurs de débit installés sur certaines pompes ne sont pas toujours fiables.

3.9 Stratégie d'échantillonnage et fiches de prélèvement

L'annexe D donne des exemples de stratégies. Toutes les données requises pour déterminer la concentration de fibres doivent être notées ainsi que les détails relatifs au prélèvement. L'annexe G contient une fiche type de prélèvement.

4 Évaluation

4.1 Préparation de l'échantillon

4.1.1 Nettoyage des lames et du matériel

Maintenir à tout moment des conditions de propreté.

Une zone de préparation souillée peut provoquer la contamination des prélèvements et conduire à des résultats erronés.

Nettoyer les lames à l'aide d'un papier optique ou papier de soie et les déposer sur une surface propre, par exemple feuille de papier optique. Il est bon de procéder au nettoyage de chaque lamelle couvre-objet à l'aide de papier optique immédiatement avant usage pour garantir l'absence de contamination.

ATTENTION — Certains papiers optiques peuvent produire des petites fibres susceptibles de contaminer la préparation.

Essuyer scalpel et pinces à l'aide d'un papier optique et les placer sur une surface propre, par exemple papier optique. Lorsqu'on doit préparer une série d'échantillons, renouveler ces opérations pour chaque échantillon.

4.1.2 Découpage du filtre

Le montage d'un filtre entier est préférable.

Lorsqu'il est nécessaire de couper le filtre, cette opération doit se faire à l'aide d'un scalpel par action rotative. Ne pas utiliser de ciseaux. On recommande de monter un secteur cunéiforme d'une aire égale à un quart ou à un tiers de l'aire de la surface du filtre.

4.1.3 Montage de l'échantillon

Utiliser la méthode acétone-triacétine telle que décrite dans l'annexe A, sauf si l'on doit appliquer un indice de réfraction modifié (voir 1.2).

ATTENTION — Le montage à l'acétone ne doit se faire qu'à l'intérieur de hottes à extraction. En au-

cun cas, l'acétone ne doit être utilisée à proximité d'une flamme.

4.2 Exigences optiques

4.2.1 Microscope

Comme des microscopes de «spécifications» semblables peuvent avoir des performances tout à fait différentes, il est nécessaire de mesurer la performance des microscopes proposés ou existants au moyen de lames tests de limite de détection (voir annexe C). À condition de répondre à ce critère, on peut admettre de faibles écarts par rapport aux spécifications recommandées en d) et e) ci-dessous. Il est également important que les débutants désirant faire l'achat d'un microscope pour la détermination de poussière fibreuse consultent au préalable des opérateurs expérimentés. Les spécifications nécessaires sont les suivantes.

a) Source de lumière — Éclairage de Köhler ou Köhler. Il est préférable que le dispositif de lumière soit intégré mais une lampe extérieure et un miroir plan peuvent être satisfaisants. Un dispositif variable du contrôle d'intensité de lumière est nécessaire dans les deux cas.

b) Ensemble sous platine. Un condenseur de contraste de phase de type Abbe ou achromatique doit être incorporé au microscope.

Il doit exister un moyen de centrer l'image de chaque anneau de condenseur vis-à-vis de son correspondant dans l'objectif. Il faut aussi pouvoir focaliser le condenseur.

c) Platine. Un dispositif de platine mécanique incorporé muni de porte-lames et d'un déplacement $x - y$ est nécessaire.

d) Objectifs. Un support rotatif muni d'objectifs achromatiques à contraste de phase de grossissement $\times 10$ et $\times 40$ est nécessaire.

L'objectif de grossissement $\times 40$ doit avoir une ouverture numérique de 0,65, achromatique. Il doit comporter un anneau de phase dont l'absorption n'est pas inférieure à 65 % ni supérieure à 85 %.

e) Lunettes binoculaires. Des lunettes binoculaires choisies de manière que le grossissement total soit compris entre $\times 400$ et $\times 600$.

Au moins un des oculaires doit permettre l'insertion d'un réticule et être de préférence de type réglable. L'usage de dispositifs de grossissement interne est déconseillé.

f) Réticule de Walton & Beckett. Son diamètre réel avec un objectif de phase de $\times 40$ et l'oculaire approprié doit être de $100 \mu\text{m} \pm 2 \mu\text{m}$. Voir annexe B pour la spécification du réticule, son

étalonnage, le fournisseur et les consignes de commande.

g) Accessoires. Les éléments suivants sont nécessaires.

Un télescope auxiliaire ou encore une lentille de Bertrand, pour vérifier que les anneaux de phase du condenseur sont centrés par rapport à ceux des objectifs.

Un filtre vert pour s'assurer des meilleures conditions de contraste de phase car les optiques ont été calculées pour la longueur d'onde correspondante.

Un micromètre de platine, divisé en intervalles d'au plus de $10 \mu\text{m}$.

Des lames de microscope, de la meilleure qualité.

Des lamelles, dont les épaisseurs sont adaptées au microscope (normalement $0,17 \text{ mm}$). Une épaisseur incorrecte altère la qualité de l'image finale.

Un compteur manuel ou dispositif similaire.

4.2.2 Principes de réglage du microscope

Suivre les instructions du fabricant tout en observant les grandes lignes suivantes.

a) L'image de la source lumineuse doit être focalisée et centrée sur l'iris du condenseur ou le diaphragme annulaire pour obtenir un véritable éclairage de Köhler.

b) L'objet à examiner doit être mis au point.

c) L'iris de champ de la source lumineuse doit être focalisé, centré sur l'échantillon et ouvert seulement sur le point où le champ de vision est éclairé.

d) Les anneaux de phase (le diaphragme annulaire et tous les éléments de l'équipement) doivent être concentriques.

e) Le réticule d'oculaire doit être mis au point.

Pour une information plus détaillée, voir annexe H.

Ces réglages doivent être effectués chaque jour.

4.2.3 Étalonnage du réticule d'oculaire

Chaque ensemble d'oculaire, objectif et réticule, doit être étalonné à l'aide d'un micromètre de platine. Lorsqu'on doit remplacer l'un des trois, il est nécessaire d'étalonner à nouveau l'ensemble. Sur certains microscopes, les étalonnages sont différents d'un

observateur à l'autre suivant leur distance interpupillaire (voir annexe B pour l'étalonnage du réticule d'oculaire).

4.2.4 Évaluation des performances du couple microscope-observateur

Il est nécessaire que les laboratoires utilisant cette méthode gardent contact avec ceux qui ont fait l'expérience de la méthode. Comme indiqué en 4.2.1, des lots de «lames tests de limite de détection» sont disponibles; elles devraient faciliter la mesure régulière de la performance du couple microscope-observateur. La limite pratique de détection à atteindre doit correspondre au motif 5 sur la lame d'essai HSE-NPL Marque II (voir annexe C pour la méthode d'utilisation et le fournisseur). On pourra vérifier que les résultats fournis sont acceptables en effectuant, pour comparaison, des échanges de lames avec des laboratoires expérimentés.

4.3 Comptage et calibrage des fibres

4.3.1 Examen à faible grossissement

Examiner la surface complète du filtre à un grossissement total de $\times 100$ à $\times 150$ (c'est-à-dire avec un objectif de $\times 10$).

La marge normalement recouverte par la jonction du support de filtre doit être exempte de poussières et de fibres. Tous les champs d'observation doivent avoir des aspects comparables eu égard à la densité de poussières totales. Lorsque les champs observés laissent apparaître des différences évidentes de densité ou des agrégats grossiers de fibres ou de poussières, le filtre doit être éliminé.

4.3.2 Choix d'un champ d'observation

Après une observation satisfaisante à faible grossissement, passer à l'objectif de phase $\times 40$ du microscope et focaliser le plan de poussières.

S'assurer que les anneaux de phase demeurent concentriques. Bien que l'on observe la plupart des fibres et la poussière sur la surface supérieure du filtre, il sera nécessaire de mettre au point en dessous (soit environ jusqu'à $10\ \mu\text{m}$) et légèrement au-dessus de cette surface.

Lors du comptage et du calibrage, l'utilisation constante de la mise au point à mouvement lent est nécessaire en raison de la faible profondeur de champ d'un objectif de $\times 40$ (c'est-à-dire $2\ \mu\text{m}$ à $3\ \mu\text{m}$). Les champs d'observation doivent être choisis de façon aléatoire sur toute la surface du filtre ou des segments du filtre. Lorsque le quadrillage du filtre obstrue la vision, déplacer la platine vers un autre champ. Ne pas compter les champs situés à moins de $3\ \text{mm}$ du bord du filtre et de $2\ \text{mm}$ le long d'une ligne de découpe, le cas échéant.

4.3.3 Conditions de travail au laboratoire

Les pratiques et l'environnement de travail dans un laboratoire peuvent influencer systématiquement le niveau de fiabilité du comptage. Ceci doit faire l'objet d'un plan de contrôle de la qualité.

Des différences peuvent apparaître lors de comparaisons interlaboratoires, simplement à cause de conditions différentes d'éclairage, de confort, d'aménagements informatiques, etc. En raison des risques de fatigue visuelle, des pratiques différentes d'enregistrement des données peuvent contribuer pour une part au désaccord entre les compteurs.

L'écriture détaillée des données implique la réadaptation des yeux avant chaque observation; l'enregistrement cumulatif à l'aide d'un compteur électrique ou mécanique n'implique par contre qu'une période unique de concentration continue.

4.3.4 Critères de comptage

a) Choix des champs

Les champs du réticule destinés au comptage doivent être choisis de façon aléatoire, de sorte qu'ils soient représentatifs de la totalité de la surface exposée du filtre et qu'ils ne se chevauchent pas.

L'une des méthodes consiste à parcourir le filtre selon un axe choisi au hasard et à sélectionner les champs arbitrairement suivant cet axe.

b) Élimination des champs

Ne pas tenir compte des champs du réticule incluant des lignes de quadrillage. Si plus d'un huitième du champ du réticule est recouvert d'un agglomérat de fibres et/ou de particules, il doit être rejeté et on doit alors en choisir un autre. Noter de tels événements.

c) Nombre de fibres et/ou de champs à évaluer

Compter au moins 100 fibres en évaluant au minimum 20 champs du réticule. Il n'est pas nécessaire d'observer plus de 100 champs.

d) Doit être compté comme fibre tout objet présentant un diamètre maximal inférieur à $3\ \mu\text{m}$, une longueur totale supérieure à $5\ \mu\text{m}$ et un rapport longueur/diamètre supérieur à 3:1 et qui ne semble pas être au contact d'une particule d'un diamètre supérieur à $3\ \mu\text{m}$. Des illustrations de cas conformes aux critères d) à g) sont données en [2].

e) Compter toute fibre située à l'intérieur du réticule. Compter comme demi-fibre toute fibre dont seule une extrémité se trouve à l'intérieur du réticule.

Un agglomérat de fibres qui, en un ou plusieurs points de sa longueur, semble homogène, mais en d'autres points semble se ramifier est appelé fibre dédoublée. On appelle faisceau tout agglomérat de fibres se touchant ou se croisant.

- f) Une fibre dédoublée est comptée comme une fibre si elle répond à la définition d), le diamètre étant mesuré au niveau du tronc principal et non de la partie dédoublée.
- g) Les fibres en faisceau sont évaluées individuellement si on peut les distinguer suffisamment pour déterminer qu'elles répondent à la définition d). Si l'on ne peut distinguer aucune fibre répondant à la définition, on doit évaluer le faisceau en tant que fibre individuelle si, globalement, il répond à ladite définition.

4.4 Calcul de la concentration de fibres

4.4.1 Valeurs simples

La concentration de fibres c , en fibres par centimètre cube, pour chacune des durées de prélèvement unitaire est déterminée suivant l'équation

$$c = \frac{A}{a} \times \frac{N}{n} \times \frac{1}{r} \times \frac{1}{t} \quad \dots (3)$$

où

- A est l'aire, en millimètres carrés, de la surface effective de filtration (voir annexe F);
- a est l'aire, en millimètres carrés, de la surface du réticule (voir annexe B);
- N est le nombre total de fibres comptées;
- n est le nombre de champs observés;
- r est le débit d'air, en centimètres cubes par minute, à travers le filtre;
- t est la durée, en minutes, d'un prélèvement.

L'annexe J contient une fiche type de comptage.

4.4.2 Valeurs moyennes pondérées selon un facteur temps

Lorsque l'on prend plusieurs prélèvements de différentes durées, calculer la concentration moyenne pondérée par le temps de fibres c_{TW} , en fibres par centimètre cube, à partir des valeurs individuelles comme suit:

$$c_{TW} = \frac{\sum c_i \times t_i}{\sum t_i} =$$

$$= \frac{c_1 \times t_1 + c_2 \times t_2 + \dots + c_n \times t_n}{t_1 + t_2 + \dots + t_n} \quad \dots (4)$$

où

- c_i est une valeur individuelle de concentration de fibres, en fibres par centimètre cube;
- t_i est la durée totale, en minutes, du prélèvement;
- n est le nombre total de prélèvements.

Si les durées de prélèvement unitaire, t_i , mentionnées ci-dessus sont égales, l'équation (4) peut être simplifiée comme suit:

$$c_{TW} = \frac{\sum c_i}{n} = \frac{c_1 + c_2 + \dots + c_n}{n} \quad \dots (5)$$

5 Sources d'erreurs

5.1 Généralités

Les erreurs introduites lors de l'estimation du nombre de fibres en suspension comprennent les erreurs d'échantillonnage et les erreurs analytiques, chacune d'entre elles ayant une composante systématique et une composante aléatoire. L'application de procédures types et d'opérations reproductibles est l'unique façon de contrôler la plupart des nombreuses sources d'erreurs inhérentes à la méthode du filtre à membrane. La liste suivante décrit quelques unes des sources d'erreurs communes.

5.2 Erreurs systématiques

5.2.1 Échantillonnage

- Débit.
- Durée de prélèvement.
- Prélèvement non représentatif ou erroné.
- Contamination, délibérée ou accidentelle.

5.2.2 Analyse

- Surface effective de filtration.
- Surface de comptage.
- Critères de comptage.
- Montage du filtre.
- Erreurs de comptage.
- Microscope.

- Contamination.

5.3 Erreurs aléatoires

5.3.1 Échantillonnage

- Variation de débit.
- Fluctuations aléatoires du nuage de poussières en suspension.

5.3.2 Analyse

- Différences de comptage liées à l'opérateur.
- Distribution des fibres sur le filtre. Le dépôt non aléatoire de poussières sur le filtre conduit à des erreurs importantes dont la quantification ne peut être faite. Vingt champs ou plus doivent être comptés pour s'assurer que des divergences mineures résultant de la distribution statistique ne faussent pas le résultat.
- Erreurs associées à la loi de Poisson. Comme on ne compte qu'une faible fraction des fibres déposées sur le filtre, des erreurs résultent du calcul du nombre total de fibres déposées sur la surface entière du filtre. Théoriquement, la distribution de Poisson rend compte des variations de comptage de fibres résultant de l'observation de champs sélectionnés de façon aléatoire sur le filtre. Lorsqu'on compte un minimum de 100 fibres et sous réserve que la distribution de Poisson s'applique bien aux résultats du comptage, l'écart-type relatif des comptages de fibres est de $\pm 10\%$. Il a été démontré expérimentalement que la distribution réelle des fibres peut différer de celle de Poisson; auquel cas, l'écart-type peut être plus important.

5.4 Précision globale

Compte tenu de la nature même de la méthode, il n'est pas possible de connaître la concentration réelle de fibres en suspension dans un nuage de poussières donné. Il n'est donc pas possible d'évaluer la précision probable de la méthode. Même la fidélité (ou répétabilité) de la méthode est difficile à quantifier car des erreurs systématiques tendent à se produire dans un même laboratoire et entre laboratoires. Ces erreurs systématiques ont un caractère aléatoire par rapport à des observateurs et à des laboratoires choisis au hasard; il devrait donc être possible d'estimer la fidélité empirique (approche la plus rationnelle de la notion de précision pour une méthode qui ne possède pas de valeur «vraie»).

Les nombreux travaux effectués jusqu'à ce jour sur ce sujet n'ont encore permis que des conclusions

partielles. L'une d'elles est que la distribution théorique de Poisson (voir 5.3.2) contribue à une variation de $\pm 20\%$ pour 100 fibres comptées avec un intervalle de confiance de $\pm 95\%$. Cette variation est d'environ $\pm 35\%$ pour seulement 40 fibres comptées dans 100 champs avec le même intervalle de confiance.

D'autres sources d'erreurs aléatoires et systématiques s'ajoutent de manière significative à l'incertitude sur la détermination des concentrations de fibres en suspension dans l'air.

5.5 Présentation des résultats

Les informations actuellement disponibles ne permettent pas de déterminer le niveau de fiabilité au-dessous duquel les résultats ont peu de signification. Il est clair que ce n'est pas une valeur unique mais un intervalle dépendant au moins de la concentration absolue de fibres et de la concentration relative de fibres dans l'air par rapport aux autres poussières. Les spécialistes en la matière s'accordent en général pour considérer que les limites se situent autour de 0,1 fibre/cm³ à 0,5 fibre/cm³, selon les conditions. Compte tenu de cette situation et des variations inhérentes à la méthode, toute valeur calculée inférieure à 0,1 fibre/cm³ ne doit être rapportée que sous la forme «inférieure à 0,1 fibre/cm³». Toute valeur supérieure doit être arrondie à la première décimale et ne comporter que deux chiffres significatifs.

6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit au moins contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) numéro d'identification de l'échantillon;
- c) début et fin de la période d'échantillonnage;
- d) débit au cours de la période d'échantillonnage;
- e) type d'échantillon; individuel ou statique;
- f) description du lieu où a été prélevé l'échantillon;
- g) résultats;
- h) tout écart par rapport aux modes de prélèvement et aux méthodes d'analyse prescrits;
- i) toute autre information concernant la méthode.

L'annexe G donne un exemple de fiche de prélèvement.