

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10312

Première édition
1995-05-01

**Air ambiant — Détermination des fibres
d'amiante — Méthode de microscopie
électronique à transmission directe**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standard iTeh.ai)
*Ambient air — Determination of asbestos fibres — Direct-transfer
transmission electron microscopy method*

ISO 10312:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54e11323-62b5-4dd5-a3d5-2662c4d92404/iso-10312-1995>



Numéro de référence
ISO 10312:1995(F)

Sommaire

	Page
1	1
2	2
3	2
4	4
5	5
6	5
7	5
8	11
9	12
10	17
11	21

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Annexes

A	Détermination des conditions de fonctionnement du four à plasma	24
B	Méthodes d'étalonnage	25
C	Critères de comptage des structures	27
D	Méthode d'identification des fibres	35
E	Détermination des concentrations d'amiante dans les fibres et les faisceaux de plus de 5 µm de longueur, et de fibres d'amiante équivalent PCM	45
F	Calcul des résultats	46
G	Stratégies pour le prélèvement des échantillons d'air	51
H	Méthodes d'élimination des fibres de gypse	52
J	Bibliographie	53

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 10312 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 3, *Atmosphères ambiantes*.

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/54611523-0265-4dd5-a5d5-2602c4d92404/iso-10312-1995>

Introduction

La présente Norme internationale traite de la détermination de l'amiante en suspension dans l'air ambiant pour un nombre varié de situations, y compris les atmosphères intérieures des bâtiments, et de l'évaluation précise de toute atmosphère dans laquelle il est possible de trouver des structures d'amiante. Les recherches médicales les plus avancées indiquent que la concentration numérique des fibres et leur tailles sont les meilleurs paramètres pour évaluer les risques pour la santé liés à l'inhalation, une technique de mesurage par comptage des fibres est la seule qui soit valable. La plupart des fibres dans les atmosphères ambiantes ne sont pas de l'amiante, et par conséquent il est nécessaire de les identifier. De nombreuses fibres d'amiante en suspension dans l'air dans les atmosphères ambiantes ont des diamètres inférieurs à la limite de résolution du microscope optique. La présente Norme internationale est fondée sur la microscopie électronique à transmission, qui a une résolution adéquate pour permettre la détection de petites fibres et qui est actuellement la seule technique capable d'identifier sans équivoque la majorité des fibres individuelles d'amiante. On trouve souvent l'amiante, non pas sous forme de fibres simples, mais sous forme de structures agrégées très complexes qui peuvent aussi être ou non agrégées à des particules associées. Les fibres trouvées en suspension dans une atmosphère ambiante peuvent souvent être identifiées sans équivoque, si un soin suffisant est apporté à l'analyse. Cependant, s'il faut identifier chaque fibre ainsi, l'analyse devient d'un coût prohibitif. En raison des insuffisances des instruments ou de la nature des particules, certaines fibres ne peuvent pas être identifiées de façon positive comme étant de l'amiante, même si les mesures indiquent toutes qu'elles pourraient en être. Des facteurs subjectifs interviennent dans ces mesures, et en conséquence une définition très précise de la méthode d'identification et de numération des fibres d'amiante est nécessaire. La méthode prescrite dans la présente Norme internationale est destinée à fournir la meilleure description possible de la nature, de la concentration numérique et des tailles des particules contenant de l'amiante trouvées dans un échantillon d'air. La présente Norme internationale est nécessairement complexe, parce que les techniques instrumentales utilisées sont complexes et aussi parce qu'il faut prescrire une méthode très détaillée et logique pour réduire les aspects subjectifs du mesurage. La méthode de relevé des données présente dans la présente Norme internationale est destinée à permettre une réévaluation des données de comptage des structures lorsque de nouvelles données médicales seront disponibles. Toutes les techniques possibles de préparation des échantillons entraînent des modifications des caractéristiques des particules en suspension dans l'air. Le prélèvement même de particules à partir d'une dispersion tridimensionnelle sur une surface filtrante bidimensionnelle peut être considéré comme apportant des modifications aux caractéristiques des particules; en outre, pour la plupart des échantillons, ces caractéristiques sont aussi modifiées par les méthodes de préparation. Toutefois, les méthodes prescrites dans la présente Norme internationale sont destinées à réduire au minimum la per-

turbation de la matière particulaire collectée et l'effet des perturbations qui se produisent peut être évalué.

La présente Norme internationale décrit la méthode d'analyse pour un filtre unitaire d'échantillon d'air. Cependant, l'une des plus grandes erreurs qui peuvent se produire dans la caractérisation de l'amiante dans les atmosphères ambiantes est associée à la variabilité des mesures entre plusieurs échantillons. Pour cette raison, il est nécessaire de prévoir un plan d'échantillonnage stratifié afin de déterminer la précision et la fidélité de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 10312:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54e11323-62b5-4dd5-a3d5-2662c4d92404/iso-10312-1995>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10312:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54e11323-62b5-4dd5-a3d5-2662c4d92404/iso-10312-1995>

Air ambiant — Détermination des fibres d'amiante — Méthode de microscopie électronique à transmission directe

1 Domaine d'application

gueur minimale des fibres à prendre en compte dans les résultats rapportés.

1.1 Substance déterminée

La présente Norme internationale prescrit une méthode de référence qui utilise la microscopie électronique à transmission (MET) pour la détermination de la concentration des structures d'amiante dans les atmosphères ambiantes et comprend le mesurage des longueurs, largeurs et rapports L/l des structures d'amiante. La méthode permet de déterminer les types de fibres d'amiante présentes. La méthode ne peut pas faire la différence entre les fibres individuelles d'amiante amphibole et les analogues non asbestiformes du même minéral amphibole.

1.2 Type d'échantillon

La méthode est définie pour les filtres à pores capillaires en polycarbonate ou en esters de cellulose (esters mélangés de cellulose ou nitrate de cellulose) à travers lesquels un volume connu d'air a été aspiré. La méthode convient pour déterminer l'amiante dans les atmosphères extérieures comme intérieures des bâtiments.

1.3 Plage de mesure

La gamme de concentrations qui peut être déterminée est de 50 structures/mm² à 7 000 structures/mm² sur le filtre. Les concentrations dans l'air représentées par ces valeurs sont fonction du volume d'air prélevé. Il n'y a pas de limite inférieure aux dimensions des fibres d'amiante qui peuvent être détectées. Dans la pratique, les spécialistes du microscope n'ont pas tous la même habileté à détecter les fibres d'amiante les plus courtes. Par conséquent, une longueur de 0,5 µm a été définie comme étant la lon-

1.4 Limite de détection

La limite de détection peut en théorie être abaissée indéfiniment par la filtration de volumes de plus en plus importants d'air et en prolongeant l'examen des échantillons au microscope électronique. Dans la pratique, la limite de détection la plus basse que l'on puisse atteindre par microscopie électronique à transmission est déterminée par la concentration totale des particules en suspension.

Pour les concentrations totales de particules en suspension d'environ 10 µg/m³, correspondant à des atmosphères rurales propres, et dans l'hypothèse d'une filtration de 4 000 litres d'air, on peut obtenir une sensibilité analytique de 0,5 structure/l, équivalant à une limite de détection de 1,8 structure/l, si l'on examine une zone de 0,195 mm² d'échantillons MET. Si l'on rencontre des concentrations totales de particules en suspension plus élevées, il faut réduire le volume d'air filtré afin de maintenir une densité de particules acceptables sur le filtre, ce qui amène une augmentation proportionnelle de la sensibilité analytique.

Lorsque c'est le cas, on peut obtenir des limites inférieures de détection en accroissant la surface examinée des échantillons. Afin d'améliorer les limites de détection pour les fibres et les faisceaux d'une longueur supérieure à 5 µm, et pour les fibres équivalent PCM, des grossissements inférieurs peuvent être utilisés qui permettent un examen plus rapide de surfaces plus étendues. On ne peut pas faire appel à la méthode analytique par transfert direct si la densité globale en particules sur le filtre de prélèvement des échantillons dépasse environ 10 µg/cm² de la surface du filtre, ce qui correspond à une couverture d'environ

10 % du filtre de prélèvement par des particules. Si les particules totales en suspension sont constituées principalement de matières organiques, la limite de détection peut être abaissée de façon significative en utilisant une méthode de préparation par transfert indirect.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 4225:1994, *Qualité de l'air — Aspects généraux — Vocabulaire*.

ISO 4226:1993, *Qualité de l'air — Aspects généraux — Unités de mesure*.

Recueil de normes ISO n° 2:1993, *Grandeurs et unités*.

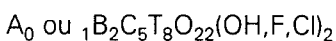
Recueil de normes ISO n° 3:1989, *Méthodes statistiques*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent (voir aussi ISO 4225).

3.1 aciculaire: Forme d'un cristal extrêmement mince avec une section petite par rapport à sa longueur, par exemple en forme d'aiguille.

3.2 amphibole: Groupe de minéraux formés de silicate de fer ou magnésium, étroitement liés sous forme cristalline, avec la composition chimique suivante:



où

A = K, Na

B = Fe²⁺, Mn, Mg, Ca, Na

C = Al, Cr, Ti, Fe³⁺, Mg, Fe²⁺

T = Si, Al, Cr, Fe³⁺, Ti

Dans certaines variétés d'amphibole, ces éléments peuvent être partiellement substitués par Li, Pb ou Zn. L'amphibole est caractérisée par une double chaîne réticulée formée de tétraèdres Si-O avec un rapport silicium/oxygène de 4/11, par des cristaux prismatiques en forme de colonne ou de fibre et par un clivage prismatique en deux directions parallèles à la surface des cristaux et se croisant à des angles d'environ 56° et 124°.

3.3 amiante amphibole: Amphibole ayant un faciès asbestiforme.

3.4 sensibilité analytique: Concentration calculée de structures d'amiante en suspension par litre d'air, équivalant à l'observation d'une structure d'amiante dans l'analyse. La méthode de la présente Norme internationale ne précise pas de sensibilité analytique.

3.5 asbestiforme: Type spécifique de minéral fibreux dans lequel les fibres et les fibrilles possèdent une haute résistance à la traction et une grande souplesse.

3.6 amiante: Terme regroupant les minéraux de silicates appartenant aux groupes des amphiboles et des serpentines qui se sont cristallisés en faciès asbestiforme, ce qui permet, lorsqu'ils sont traités ou broyés, de les séparer facilement en fibres longues, minces et solides. Les numéros d'enregistrement du Chemical Abstracts Service pour les variétés d'amiante plus courantes sont: chrysotile (12001-29-5), crocidolite (12001-28-4), amiante grünenrite (amosite) (12172-73-5), amiante anthophyllite (77536-67-5), amiante trémolite (77536-68-6) et amiante actinolite (77536-66-4).

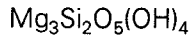
3.7 structure d'amiante: Terme appliqué à tout groupement contigu ou formé par chevauchement de fibres d'amiante, avec ou sans particules associées.

3.8 rapport L/l: Rapport de la longueur d'une particule à sa largeur.

3.9 blanc: Comptage de structures effectué sur des échantillons préparés à partir d'un filtre non utilisé pour déterminer la concentration en bruit de fond.

3.10 longueur de caméra: Longueur de projection équivalente entre l'échantillon et le diagramme de diffraction électronique, en l'absence d'action d'une lentille.

3.11 chrysotile: Minéral fibreux du groupe des serpentines ayant une composition répondant à la formule chimique brute



La plupart des chrysotiles naturels s'écartent peu de cette composition nominale. Dans certaines variétés, il peut se produire une substitution mineure de silicium par de l' Al^{3+} . Une substitution mineure de magnésium par de l' Al^{3+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} et Co^{2+} peut aussi se présenter. Le chrysotile est le type d'amiante le plus répandu.

3.12 clivage: Fracture d'un minéral dans l'une de ses directions cristallographiques.

3.13 fragment de clivage: Fragment de cristal délimité par les plans de clivage.

3.14 agglomérat: Structure dans laquelle deux ou plusieurs fibres ou faisceaux de fibres sont orientés au hasard et forment un groupement contigu.

3.15 espace interréticulaire: Distance entre des plans identiques parallèles et adjacents d'atomes du cristal.

3.16 diffraction électronique: Technique utilisée en microscopie électronique permettant d'examiner la structure cristalline d'un échantillon.

3.17 pouvoir de diffusion d'électrons: Portée à laquelle une couche mince de substance diffuse des électrons à partir de leurs directions d'origine.

3.18 analyse en dispersion d'énergie des rayons X (EDXA): Mesurage des énergies et des intensités des rayons X à l'aide d'un détecteur à semi-conducteurs et d'un système analyseur à voies multiples.

3.19 eucentrique: Condition d'un objet dont la zone d'observation est placée sur un axe d'inclinaison au point d'intersection avec le faisceau d'électrons et dans le plan de focalisation.

3.20 témoin: Filtre qui a été emporté sur le site de prélèvement, et dont la cassette a été ouverte et refermée. Un tel filtre sert à déterminer le nombre de structures en bruit de fond.

3.21 fibrille: Fibre unitaire d'amiante qui ne peut pas être séparée davantage longitudinalement en composants plus petits sans perdre ses propriétés de fibres ou son apparence.

3.22 fibre: Particule allongée qui a des côtés parallèles ou étagés. Aux fins de la présente Norme internationale, une fibre est définie comme ayant un rapport L/l égal ou supérieur à 5/1 et une longueur minimale de 0,5 μm .

3.23 faisceau de fibres: Structure composée de fibres parallèles de diamètres inférieurs attachées sur leur longueur. Un faisceau de fibres peut présenter des fibres divergentes à l'une ou aux deux extrémités.

3.24 structure fibreuse: Fibre ou groupement contigu de fibres avec ou sans particules associées.

3.25 faciès: Forme cristalline caractéristique ou combinaison des formes d'un minéral, y compris les irrégularités caractéristiques.

3.26 limite de détection: Concentration de structures en suspension dans l'air calculée en structures par litre, équivalant au comptage de 2,99 structures d'amiante dans l'analyse.

3.27 matrice: Structure dans laquelle une ou plusieurs fibres ou un ou plusieurs faisceaux de fibres sont en contact avec, attachées à ou partiellement dissimulées par une particule unitaire ou un groupe contigu de particules non fibreuses.

3.28 indice de Miller: Ensemble de trois ou quatre nombres entiers utilisés pour spécifier l'orientation d'un plan cristallographique par rapport aux axes d'un cristal.

3.29 fibre «équivalent PCM»: Fibre de rapport L/l égal ou supérieur à 3/1, de longueur supérieure à 5 μm et dont le diamètre est compris entre 0,2 μm et 3,0 μm .

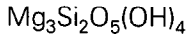
3.30 structure «équivalent PCM»: Structure fibreuse de rapport L/l égal ou supérieur à 3/1, de longueur supérieure à 5 μm et dont le diamètre est compris entre 0,2 μm et 3,0 μm .

3.31 structure primaire: Structure fibreuse qui représente une entité distincte sur l'image MET.

3.32 réplification: Méthode de préparation d'échantillons de microscopie électronique dans laquelle une copie mince ou réplique d'une surface est faite.

3.33 microdiffraction électronique: Technique utilisée en microscopie électronique dans laquelle la structure cristalline d'une petite surface d'un échantillon est examinée.

3.34 serpentine: Groupe de minéraux communs de formule chimique brute



3.35 structure: Fibre individuelle, faisceaux de fibres, agglomérat ou matrice.

3.36 hémotropie: Phénomène par lequel des cristaux de même espèce sont accolés ensemble suivant une orientation particulière de telle sorte que les orientations relatives sont reliées selon une loi bien définie.

3.37 fibre non ouverte: Faisceau de fibres d'amianté de grand diamètre qui n'a pas été divisé en fibrilles ou fibres constituantes.

3.38 orientation d'axe: Ligne ou direction cristallographique à travers le centre d'un cristal qui est parallèle aux arêtes d'intersection des plans d'un cristal définissant la zone cristalline.

4 Principe

Un échantillon de particules en suspension est recueilli en aspirant un volume mesuré d'air à travers soit un filtre à membrane en polycarbonate à pores capillaires d'une dimension de 0,4 µm au maximum, soit en ester de cellulose (ester mélangé de cellulose ou nitrate de cellulose) à pores de 0,45 µm au maximum, au moyen d'une pompe alimentée sur le secteur ou par batterie. Les échantillons pour le microscope électronique à transmission sont préparés à partir des filtres en polycarbonate en déposant un mince film de carbone sur la surface du filtre par évaporation sous vide. De petites sections sont découpées dans le filtre carboné, placées sur des grilles porte-échantillon et le filtre est dissous par un procédé d'extraction au solvant. Ce procédé laisse un mince film de carbone qui recouvre les ouvertures de la grille et maintient chaque particule du filtre initial dans sa position d'origine.

Les filtres en esters de cellulose sont traités chimiquement pour détruire la structure poreuse du filtre. La surface du filtre est alors attaquée par un plasma d'oxygène pour dégager toutes les particules du substrat. Un mince film de carbone est déposé par évaporation à la surface du filtre et de petites sections sont détachées du filtre. Ces sections sont placées sur les grilles porte-échantillon et le véhicule filtre est dissous par un procédé d'extraction au solvant.

Les grilles porte-échantillon provenant de l'une ou l'autre méthode de préparation sont examinées à fort

et à faible grossissements pour s'assurer qu'elles conviennent pour l'analyse avant d'effectuer une évaluation quantitative des structures dans les ouvertures de grilles choisies au hasard. Pour l'examen au microscope électronique à transmission, on utilise la diffraction électronique (DE) pour examiner la structure cristalline d'une fibre, et sa composition élémentaire est déterminée par une analyse en dispersion d'énergie des rayons X (EDXA). Pour un certain nombre de raisons, il n'est pas possible d'identifier sans équivoque chaque fibre, et les fibres sont classées en fonction des techniques qui ont été utilisées pour les identifier. On utilise un code simple pour indiquer pour chaque fibre la manière selon laquelle elle a été identifiée. La méthode de classification des fibres est fondée sur un examen successif de la morphologie, du diagramme de microdiffraction électronique, ainsi que des analyses qualitative et quantitative en dispersion d'énergie des rayons X. La confirmation de l'identification du chrysolite se fait uniquement par diffraction électronique quantitative et celle de l'amphibole se fait uniquement en combinant l'analyse quantitative en dispersion d'énergie des rayons X et la microdiffraction électronique quantitative avec orientation d'axe.

En plus de fibres isolées, les échantillons d'air ambiant contiennent souvent des agrégats plus complexes de fibres, associés ou non à des particules. Certaines particules sont composées de fibres d'amianté associées à d'autres matériaux. Les fibres individuelles et ces structures plus complexes sont appelées «structures d'amianté». Un système de codage est utilisé pour indiquer le type de structure fibreuse et pour donner la meilleure description de chacune de ces structures complexes. Les deux codes évitent au spécialiste du microscope la nécessité d'interpréter les observations de comptage des structures et permet de faire cette évaluation ultérieurement sans avoir besoin de réexaminer les échantillons au microscope électronique à transmission. Plusieurs niveaux d'analyse sont prescrits, les niveaux supérieurs permettant une identification des fibres plus rigoureuse. La méthode permet de définir un critère minimal pour l'identification des fibres, fondé sur l'expérience antérieure ou son absence, pour un échantillon particulier. On s'efforce alors de parvenir à ce critère minimal pour chaque fibre et le degré de réussite est consigné pour chaque fibre. On reporte les longueurs et les largeurs de toutes les structures et fibres classées. Le nombre des structures d'amianté trouvées dans une surface connue de l'échantillon, ainsi que le volume équivalent d'air filtré correspondant à cette surface, sont utilisés pour calculer la concentration des structures d'amianté en suspension par litre d'air.

5 Symboles d'unités et abréviations

5.1 Symboles d'unités (voir aussi ISO 4226 et Recueil de normes ISO n° 2)

eV = électronvolt

kV = kilovolt

l/min = litres par minute

µg = microgramme (10⁻⁶ gramme)

µm = micromètre (10⁻⁶ mètre)

nm = nanomètre (10⁻⁹ mètre)

W = watt

5.2 Abréviations

DMF	Diméthylformamide
DE	Diffraction électronique
EDXA	Analyse en dispersion d'énergie des rayons X
FWHM	(Full Width, Half Maximum) Largeur totale à mi-hauteur
HEPA	Filtre de haute efficacité pour l'arrêt des particules
MEC	Esters mélangés de cellulose
PC	Polycarbonate
PCM	Microscopie optique en contraste de phase
SAED	Microdiffraction électronique sur surface choisie
MEB	Microscope électronique à balayage
MEBT	Microscope électronique à transmission par balayage
MET	Microscope électronique à transmission
UICC	Union internationale contre le Cancer

6 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique et de l'eau (6.1).

AVERTISSEMENT — Utiliser les réactifs conformément aux réglementations d'hygiène et de sécurité appropriées.

6.1 Eau, exempte de fibres.

Utiliser une alimentation en eau récemment distillée et exempte de fibres, ou une autre source d'eau exempte de fibres et d'agents pyrogènes.

6.2 Chloroforme, distillé dans un récipient en verre, conservé avec 1 % (V/V) d'éthanol.

6.3 1-Méthyl-2-pyrrolidone.

6.4 Diméthylformamide.

6.5 Acide acétique, cristallisable.

6.6 Acétone.

7 Appareillage

7.1 Prélèvement d'air — Équipement et consommables

7.1.1 Système porte-filtre et filtre

On doit utiliser des cassettes en trois éléments, de 25 mm à 50 mm de diamètre, avec système de protection dépassant de moins de 2 cm à l'avant de la surface du filtre pour le prélèvement des échantillons. La cassette doit être chargée d'un filtre en polycarbonate à pores capillaires d'une grosseur de 0,4 µm au maximum, en MEC ou en nitrate de cellulose de diamètre de pore de 0,45 µm au maximum. Les deux types de filtres doivent être déposés sur un filtre MEC ou en nitrate de cellulose de grosseur de pore 5 µm, lui-même déposé sur un support en cellulose. Après la mise en place des filtres, on doit appliquer une bande de cellulose élastique ou un ruban adhésif pour éviter toute fuite d'air. Il faut prendre toutes les précautions nécessaires pour que les filtres soient bien fixés dans l'ensemble de façon qu'il n'y ait aucune fuite d'air autour du filtre.

Des filtres représentatifs pris dans le lot doivent être soumis à analyse comme prescrit en 9.7 pour vérifier s'ils contiennent des structures d'amiante avant qu'ils soient utilisés pour les prélèvements d'air.

7.1.2 Pompe de prélèvement

La pompe de prélèvement doit avoir un débit suffisant pour atteindre la sensibilité analytique désirée. La vitesse frontale à travers le filtre doit être comprise entre 4,0 cm/s et 25,0 cm/s. La pompe de prélèvement utilisée doit fournir un écoulement d'air exempt de pulsation à travers le filtre et elle doit

maintenir le débit-volume initial à $\pm 10\%$ pendant toute la durée de prélèvement. Une pompe à débit constant ou à commande d'orifice critique répond à ces exigences. Un tuyauterie souple doit être utilisée pour relier le porte-filtre à la pompe de prélèvement. Il faut aussi prévoir un moyen d'étalonnage du débit de chaque pompe.

7.1.3 Support

Un support doit être utilisé pour maintenir le système porte-filtre à la hauteur désirée pour le prélèvement et doit être isolé des vibrations de la pompe (7.1.2).

7.1.4 Débitmètre à section variable

Un débitmètre à section variable étalonné avec une échelle d'environ 1 l/min à 10 l/min est nécessaire pour l'étalonnage du système de prélèvement d'air.

Le débitmètre doit être nettoyé avant usage pour éviter tout transfert de contamination de fibre du débitmètre vers l'échantillon en cours de prélèvement.

7.2 Laboratoire de préparation des échantillons

L'amiante, en particulier le chrysotile, est présent en quantité variable dans de nombreux réactifs de laboratoire. De nombreux matériaux de construction contiennent eux aussi des quantités significatives d'amiante ou d'autres fibres minérales qui peuvent gêner l'analyse si elles sont introduites par inadvertance lors de la préparation des échantillons. Il est de la plus grande importance de faire en sorte que, pendant la préparation, la contamination des échantillons MET par des fibres d'amiante étrangères soit réduite au minimum. Toutes les étapes de la préparation des échantillons doivent donc être effectuées dans un environnement où la contamination de l'échantillon est réduite au minimum. La première exigence du laboratoire de préparation des échantillons est qu'une détermination à blanc donne un résultat qui réponde aux exigences prescrites en 9.7. L'équipement minimal jugé convenable pour préparer les échantillons MET est une hotte à flux laminaire à pression positive. Cependant, il a été établi que, dans la préparation des échantillons, les pratiques de travail et le soin semblent être plus importants que le type d'installation utilisé. La préparation des échantillons doit être faite seulement après que des valeurs acceptables auront été obtenues sur des échantillons «blancs».

NOTE 1 Il est recommandé que les activités impliquant la manipulation d'échantillons d'amiante en vrac ne soient pas effectuées dans la même zone que la préparation des

échantillons pour le microscope électronique à transmission, en raison des risques de contamination.

7.3 Équipement d'analyse

7.3.1 Microscope électronique à transmission

On doit utiliser un microscope électronique à transmission (MET) fonctionnant à un potentiel d'accélération de 80 kV à 120 kV, avec une définition supérieure à 1,0 nm et une plage de grossissement d'environ $\times 300$ à $\times 100\,000$. La possibilité d'obtenir un grossissement direct sur écran d'environ $\times 100\,000$ est nécessaire pour l'examen de la morphologie des fibres; on peut obtenir ce grossissement par un agrandissement optique supplémentaire de l'image sur écran en utilisant un binoculaire si l'on ne peut pas l'obtenir directement. Il faut aussi que l'écran de visualisation soit étalonné de façon à pouvoir mesurer les longueurs et les largeurs des images des fibres jusqu'à 1 mm de largeur par tranches de 1 mm quelle que soit l'orientation de l'image. Souvent, l'utilisation d'un écran fluorescent pourvu de gradations étalonnées sous forme de cercles concentriques, comme représenté à la figure 1, permet de respecter cette exigence.

Pour les angles de réflexion de Bragg inférieurs à 0,01 rad, le microscope électronique à transmission doit pouvoir effectuer la diffraction électronique à partir d'une aire de $0,6\ \mu\text{m}^2$ au plus, choisie à partir d'une image focalisée à un grossissement d'écran de $\times 20\,000$. Cette exigence de performance définit la séparation minimale entre les particules à laquelle on peut obtenir des diagrammes de diffraction électronique indépendants à partir de chaque particule. Si l'on utilise la microdiffraction électronique (SAED), la performance d'un instrument particulier peut normalement être calculée à l'aide de l'équation suivante:

$$A = 0,785\ 4 \times \left(\frac{D}{M} + 2\ 000 C_s \theta^3 \right)^2$$

où

- A est l'aire effective de diffraction, en micromètres carrés;
- D est le diamètre, en micromètres, du diaphragme de diffraction;
- M est le grossissement de la lentille de l'objectif;
- C_s est le coefficient d'aberration sphérique, en millimètres, de la lentille de l'objectif;
- θ est l'angle de Bragg maximal requis, en radians.

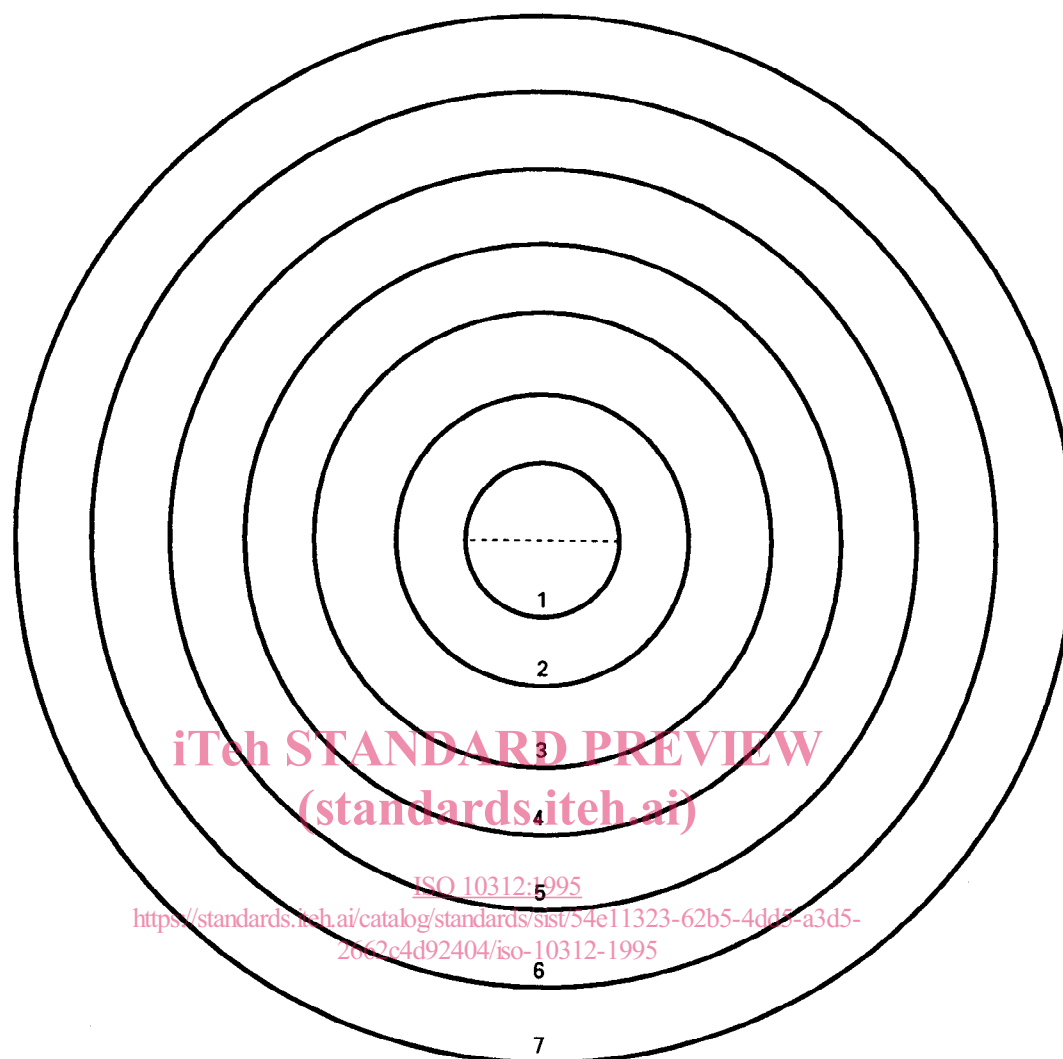


Figure 1 — Exemple de marquages d'étalonnage sur un écran de visualisation de microscope électronique à transmission

Il n'est pas possible de réduire indéfiniment l'aire effective de diffraction électronique sur la surface choisie en utilisant des diaphragmes de diffraction de plus en plus petits, car il existe une limite fondamentale imposée par le coefficient d'aberration sphérique de la lentille de l'objectif.

Si des analyses par diffraction électronique avec orientation d'axe doivent être effectuées, le microscope électronique à transmission doit comprendre un goniomètre qui permet à l'échantillon d'être

a) soit tourné sur 360° , avec inclinaison combinée d'au moins $+30^\circ$ à -30° par rapport à un axe situé dans le plan de l'échantillon;

b) soit incliné d'au moins $+30^\circ$ à -30° autour de deux axes perpendiculaires situés dans le plan de l'échantillon.

L'analyse est grandement facilitée si le goniomètre permet une inclinaison eucentrique, même si ce n'est pas essentiel. S'il faut une analyse en dispersion d'énergie des rayons X et une diffraction électronique avec orientation d'axe sur la même fibre, le goniomètre doit être d'un type qui permet d'incliner l'échantillon et d'obtenir le spectre de l'analyse en dispersion d'énergie des rayons X sans changer de support d'échantillon.

Le microscope électronique à transmission doit avoir un système d'éclairage et un condenseur capable de former une sonde électronique d'un diamètre inférieur à 250 nm.

NOTE 2 Il est recommandé d'utiliser une trappe anti-contamination autour de l'échantillon si l'on veut obtenir la performance requise pour l'appareil.

7.3.2 Analyse en dispersion d'énergie des rayons X

Le microscope électronique à transmission doit être équipé d'un analyseur en dispersion d'énergie des rayons X capable d'atteindre une définition supérieure à 180 eV (FWHM) sur le pic $K\alpha$ du Mn. Comme la performance des combinaisons «microscope électronique à transmission-analyseur de rayons X» dépend d'un certain nombre de facteurs géométriques, la performance requise est prescrite en termes d'intensité de rayons X mesurée à partir d'une fibre de faible diamètre, à l'aide d'un diamètre de faisceau électronique connu. Les détecteurs à rayons X à semi-conducteurs sont moins sensibles dans la région de faible énergie et ainsi la mesure du sodium dans le crocidolite servira de critère de performance. La combinaison «microscope électronique-analyseur à rayons X» doit donner, dans des conditions d'analyse habituelles, un taux de comptage du pic $K\alpha$ du Na, bruit de fond soustrait, de plus de 1 comptage par seconde (cps) à partir d'une fibre de crocidolite de l'UICC de 50 nm de diamètre au plus lorsqu'elle est irradiée par une sonde électronique de 250 nm de diamètre au plus à un potentiel d'accélération de 80 kV. Le rapport pic/fond pour cet essai doit dépasser 1,0.

L'analyseur de rayons X doit donner le moyen de soustraire le bruit de fond, d'identifier les pics élémentaires et de calculer les aires sous les pics avec bruit de fond soustrait.

7.3.3 Ordinateur

De nombreux calculs numériques répétitifs sont nécessaires et il peut être commode de les effectuer à l'aide de programmes informatiques relativement simples. Pour les analyses des diagrammes de diffraction électronique avec orientation de l'axe, il faut un ordinateur avec mémoire adéquate pour admettre les programmes plus complexes que cela implique.

7.3.4 Four à plasma

Pour la préparation des échantillons MET à partir des filtres MEC, on doit utiliser un four à plasma, avec une puissance nominale de radiofréquence de 50 W au moins, pour attaquer la surface des filtres MEC traités à l'acétone. Le four doit comporter un système de contrôle du flux d'oxygène et doit être modifié, le cas échéant, pour comporter une vanne pour contrôler la vitesse d'admission de l'air de sorte que le flux d'air

ne déplace pas les particules de la surface du filtre après l'étape d'oxydation.

NOTE 3 Il est recommandé de placer des filtres sur l'alimentation en oxygène et sur la conduite d'admission d'air.

7.3.5 Évaporateur sous vide

On doit utiliser un appareil de dépôt sous vide capable de produire un vide supérieur à 0,013 Pa pour le dépôt sous vide de carbone sur les filtres à membrane. Le porte-échantillon doit permettre de faire tourner en permanence la lame porte-objet pendant toute la phase de dépôt.

NOTE 4 Un mécanisme permettant aussi d'incliner la lame tournante sur un angle d'environ 45° pendant la phase de dépôt est également recommandé. On peut utiliser un piège cryogénique à azote liquide au-dessus de la pompe à diffusion pour réduire le risque de contamination des surfaces du filtre par l'huile provenant du système de pompage. L'appareil de dépôt sous vide peut aussi servir au dépôt du mince film d'or ou de tout autre matériau d'étalonnage, lorsqu'ils sont requis sur les échantillons MET pour l'étalonnage interne des diagrammes de diffraction électronique.

7.3.6 Appareil à pulvérisation cathodique

On peut utiliser un appareil à pulvérisation cathodique avec cible en or pour le dépôt d'or sur les échantillons MET pour l'étalonnage interne des diagrammes de diffraction électronique. D'autres matériaux d'étalonnage sont acceptables. L'expérience a montré qu'une pulvérisation cathodique permet un meilleur contrôle de l'épaisseur du matériau d'étalonnage.

7.3.7 Appareil de dissolution des filtres (laveur Jaffe)

Le rôle de cet appareil est de dissoudre le filtre tout en laissant intact le film de carbone évaporé pour soutenir les fibres et les autres particules. Un modèle de montage qui s'est révélé satisfaisant pour divers solvants et filtres est celui représenté à la figure 2. En général, on utilise le chloroforme ou la 1-méthyl-2-pyrrolidone pour dissoudre les filtres de polycarbonate et le diméthylformamide ou l'acétone pour les filtres MEC ou en nitrate de cellulose. Les tensions de vapeur plus élevées du chloroforme et de l'acétone exigent l'utilisation d'un réservoir de 10 ml à 50 ml de solvant, avec éventualité d'un remplissage en cours de procédure. Le diméthylformamide ou la 1-méthyl-2-pyrrolidone ont des tensions de vapeur inférieures et l'on peut utiliser un volume beaucoup plus réduit de solvant. Il est recommandé que tous les appareils soient utilisés sous une hotte aspirante, et lorsque les échantillons ont été introduits ou retirés, pendant la dissolution, le couvercle de la boîte de Petri

doit être remis en place. L'appareil doit être nettoyé avant utilisation pour chaque lot d'échantillons.

7.3.8 Dissolveur à condensation

Pour une dissolution plus rapide du filtre ou si des difficultés sont rencontrées lors de la dissolution, on doit utiliser un dissolvant à condensation, se composant d'un ballon, d'un réfrigérant et d'un ensemble de doigts réfrigérants, avec chauffe-ballon et régulateur de température. La figure 3 donne un exemple d'un tel appareil utilisant l'acétone ou le chloroforme comme solvant, selon le filtre utilisé.

7.3.9 Plaque chauffante ou étuve

On doit utiliser soit une plaque chauffante, soit une étuve pour chauffer les lames pendant la préparation des échantillons MET provenant des filtres MEC ou en nitrate de cellulose. Il faut maintenir une température de 65 °C à 70 °C.

7.3.10 Bain à ultrasons

Un bain à ultrasons est nécessaire pour nettoyer les ustensiles utilisés pour la préparation des échantillons MET.

7.3.11 Réplique d'un réseau carbone

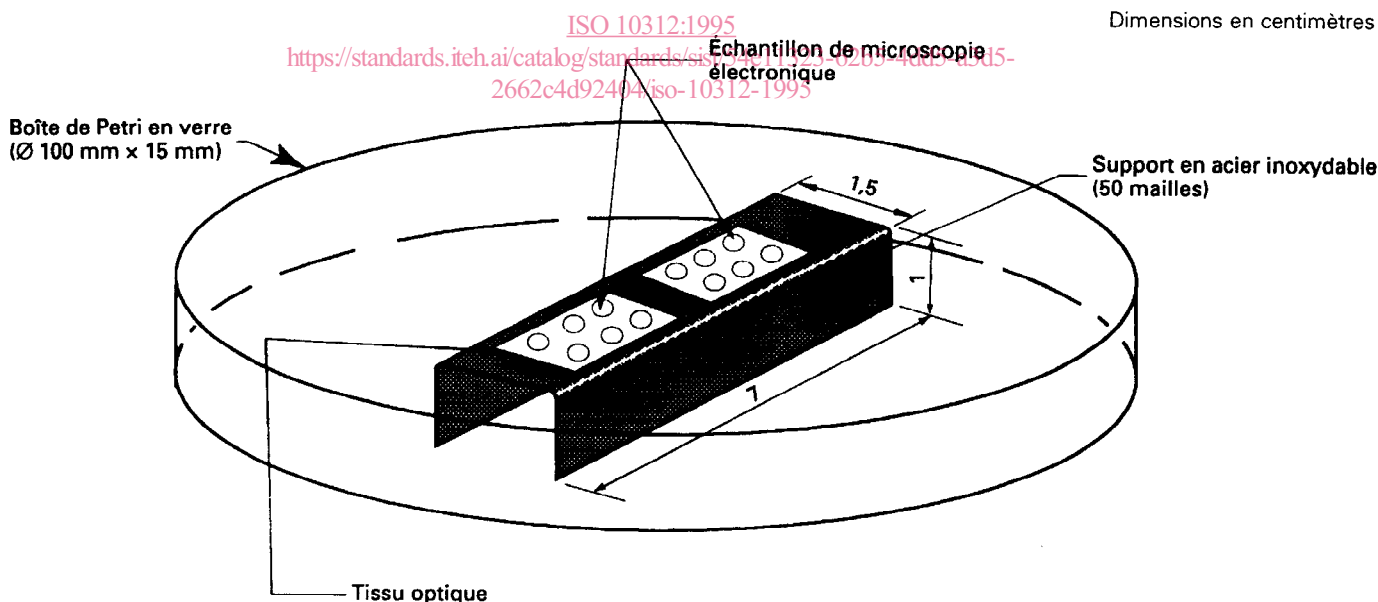
On doit utiliser une réplique d'un réseau carbone d'environ 2 000 lignes parallèles par millimètre pour étalonner le grossissement du microscope électronique à transmission.

7.3.12 Grilles d'étalonnage pour analyseur à rayons X

Des grilles de préparation pour microscope électronique à transmission préparées à partir de dispersions des minéraux d'étalonnage sont nécessaires pour l'étalonnage du système d'analyse EDXA. Certains minéraux d'étalonnage convenables sont la riebeckite, le chrysotile, l'alloysite, la phlogopite, la wollastonite et la bustamite. Le minéral utilisé doit être préparé pour l'étalonnage de l'analyseur des rayons X pour le sodium à l'aide d'une grille en or.

7.3.13 Aiguiseur d'électrodes en carbone

L'utilisation d'électrodes en carbone aiguisées, ou équivalent, permet l'évaporation du carbone sur les filtres avec un minimum de chauffage.



NOTE — Le solvant est ajouté jusqu'à ce que la surface du bain soit en contact avec la face inférieure du support en acier inoxydable.

Figure 2 — Exemple de dissolvant de filtre (laveur Jaffe)