
**Air ambiant — Détermination de la
concentration en nombre des particules
inorganiques fibreuses — Méthode par
microscopie électronique à balayage**

*Ambient air — Determination of numerical concentration of inorganic
fibrous particles — Scanning electron microscopy method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14966:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c006f0ae-bdce-4e88-b077-411d3b5f6049/iso-14966-2002>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14966:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c006f0ae-bdce-4e88-b077-411d3b5f6049/iso-14966-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c006f0ae-bdce-4e88-b077-411d3b5f6049/iso-14966-2002>

© ISO 2002

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Abréviations	4
4 Principe	5
5 Appareillage et matériaux	5
5.1 Prélèvement d'air	5
5.2 Préparation des filtres	7
5.3 Analyse des échantillons	8
6 Prélèvement et analyse des échantillons d'air	9
6.1 Programme de mesurage	9
6.2 Prélèvement des échantillons d'air	10
6.3 Préparation des échantillons MEB	11
6.4 Analyse au microscope électronique à balayage	12
7 Calcul des résultats	24
7.1 Calcul de la concentration moyenne des fibres	24
7.2 Calcul de l'intervalle de confiance à 95 %	25
8 Caractéristiques de performance	25
8.1 Généralités	25
8.2 Incertitude de mesure	25
8.3 Limite de détection	29
9 Rapport d'essai	30
Annexe A (normative) Préparation des filtres pour le prélèvement d'air	32
Annexe B (normative) Méthodes d'étalonnage et de réglage du microscope électronique à balayage	33
Annexe C (informative) Caractéristiques et composition chimique des fibres inorganiques	35
Annexe D (informative) Incertitude liée à la loi de Poisson en fonction de la densité des fibres présentes sur le filtre d'échantillonnage et de la surface de filtre analysée	40
Annexe E (informative) Combinaison des résultats d'échantillons multiples	41
Bibliographie	42

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 14966 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 3, *Atmosphères ambiantes*.

Les annexes A et B constituent des éléments normatifs de la présente Norme internationale. Les annexes C, D et E sont données uniquement à titre d'information.

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14966:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c006f0ae-bdce-4e88-b077-411d3b5f6049/iso-14966-2002>

Introduction

La présente Norme internationale décrit une méthode de mesurage de la concentration en nombre de particules fibreuses inorganiques dans l'air ambiant à l'aide du microscope électronique à balayage. La présente Norme internationale est fondée sur les procédures du Verein Deutscher Ingenieure (VDI), Directive 3492 [6].

La méthode permet également de déterminer les concentrations en nombre de fibres inorganiques dans les atmosphères intérieures des bâtiments, par exemple par mesurage des concentrations fibreuses résiduelles en suspension dans l'air après retrait des matériaux de construction contenant de l'amiante [7].

Les recherches en matière biologique ont montré que l'effet fibrogène ou carcinogène d'une fibre est lié à sa longueur, à son diamètre et à sa résistance à la dissolution dans un environnement biologique. L'incertitude demeure quant au niveau auquel les fibres sont trop courtes, trop épaisses ou ont une durabilité insuffisante pour produire un effet fibrogène ou carcinogène. Les fibres de longueur supérieure à 10 µm et de diamètre de quelques dixièmes de micromètre, et dont la durabilité est telle que leur corps demeure inchangé pendant plusieurs années, sont considérées comme particulièrement carcinogènes. Sur la base des connaissances actuelles, les fibres inférieures à 5 µm sont considérées comme ayant un faible potentiel carcinogène [8 à 11].

Pour les besoins de la présente Norme internationale, une fibre est définie comme une particule ayant un rapport minimal longueur/largeur (rapport d'aspect) de 3:1. Les fibres de longueur supérieure à 5 µm et dont la largeur varie de la limite inférieure de visibilité à 3 µm sont comptées. Les fibres ayant un diamètre inférieur à 3 µm sont considérées comme respirées. Dans la mesure où la méthode requiert la consignation des longueurs et des largeurs de toutes les fibres, les données peuvent être réévaluées lorsqu'il est nécessaire de dériver les concentrations des fibres ayant un rapport d'aspect minimal plus élevé [12].

La gamme de concentrations à mesurer est une gamme qui comprend les concentrations déterminées dans les environnements en air pur, pour lesquels la valeur moyenne d'un grand nombre de mesures de concentrations de fibres d'amiante a été déterminée comme généralement inférieure à 100 fibres par mètre cube (fibres supérieures à 5 µm), jusqu'à et y compris des scénarios d'exposition supérieurs avec lesquels des concentrations supérieures de deux ordres de grandeur ont été identifiées [10, 12].

Cette méthode permet de mesurer la concentration en nombre de fibres inorganiques dont la largeur est inférieure à 3 µm et dont la longueur dépasse 5 µm jusqu'à une longueur maximale de 100 µm. L'analyse en dispersion d'énergie des rayons X (EDXA) permet de classer les fibres dont les compositions correspondent à celles des fibres d'amiante, des fibres de sulfate de calcium et autres fibres inorganiques.

Les fibres de sulfate de calcium sont distinguées des autres fibres inorganiques et ne sont pas comprises dans le résultat final dans la mesure où, sur la base des connaissances actuelles, elles ne représentent pas un danger pour la santé. Néanmoins, la concentration en nombre de fibres de sulfate de calcium doit être déterminée dans la mesure où une concentration élevée de ces fibres peut fausser négativement les résultats des fibres d'amiante potentielles et, dans certaines circonstances, l'échantillon peut devoir être éliminé [13]. De plus, il est important de connaître la concentration en nombre de fibres de sulfate de calcium pour interpréter des concentrations de fibres dans les atmosphères ambiantes.

La détection et l'identification des fibres sont de plus en plus incertaines quand leur largeur est inférieure à 0,2 µm. L'identification d'une fibre comme espèce spécifique est plus fiable lorsque la source d'émission est connue ou supposée, comme dans un bâtiment où les matériaux en vrac peuvent être soumis à analyse.

Afin de faciliter l'examen au microscope électronique à balayage, les particules organiques recueillies dans le filtre sont éliminées presque entièrement par un traitement au four à plasma.

À l'exception des situations où il est difficile d'identifier les fibres, il convient qu'il n'y ait que des différences mineures entre les résultats de comptage des fibres obtenus par cette méthode et ceux obtenus à l'aide des procédures de détermination des fibres de type PCM décrites dans l'annexe E de la méthode au microscope électronique à transmission de l'ISO 10312:1995.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14966:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c006f0ae-bdce-4e88-b077-411d3b5f6049/iso-14966-2002>

Air ambiant — Détermination de la concentration en nombre des particules inorganiques fibreuses — Méthode par microscopie électronique à balayage

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode utilisant la microscopie électronique à balayage pour la détermination de la concentration des particules fibreuses inorganiques dans l'air. La méthode spécifie l'utilisation de filtres à membrane à pores capillaires métallisés à l'or, au travers desquels un volume connu d'air est aspiré. À l'aide de l'analyse en dispersion de l'énergie des rayons X, la méthode peut différencier les fibres dont les compositions sont compatibles avec celles des variétés d'amiante (par exemple serpentine et amphibole), gypse et autres fibres inorganiques. L'annexe C fournit un résumé des types de fibres qui peuvent être mesurés.

La présente Norme internationale est applicable au mesurage des concentrations de particules fibreuses inorganiques dans l'air ambiant. La méthode est également applicable pour la détermination des concentrations en nombre de particules fibreuses inorganiques dans les atmosphères intérieures des bâtiments, par exemple pour déterminer la concentration des particules fibreuses inorganiques résiduelles en suspension dans l'air après suppression des produits contenant de l'amiante.

La gamme de concentrations de fibres de longueur supérieure à 5 µm, dans la plage de largeurs qui peuvent être détectées dans des conditions de mesurage normalisées (voir 6.2), est approximativement comprise entre 3 fibres et 200 fibres par millimètre carré de surface de filtre. Les concentrations dans l'air, en fibres par mètre cube, représentées par ces valeurs sont fonction du volume d'air échantillonné.

NOTE La capacité de la méthode à détecter et à classer les fibres de largeur inférieure à 0,2 µm est limitée. Si les fibres en suspension dans l'air de l'atmosphère échantillonnée ont pour la plupart une largeur inférieure à 0,2 µm, une méthode par microscope électronique à transmission, telle que celle de l'ISO 10312, peut être utilisée pour déterminer les fibres plus petites.

2 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

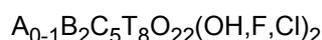
aciculaire

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

2.2

amphibole

groupe de minéraux à double chaîne de silicates, étroitement liés sous forme cristalline, de composition chimique brute suivante:



où

A = K, Na;

B = Fe²⁺, Mn, Mg, Ca, Na;

ISO 14966:2002(F)

C = Al, Cr, Ti, Fe³⁺, Mg, Fe²⁺;

T = Si, Al, Cr, Fe³⁺, Ti.

NOTE 1 Voir les références [19] et [20].

NOTE 2 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°.

2.3

amiante amphibole

amphibole ayant un faciès asbestiforme

2.4

sensibilité analytique

concentration calculée de fibres en suspension, équivalant à l'observation d'une fibre lors de l'analyse

NOTE 1 Elle est exprimée en fibres par mètre cube.

NOTE 2 La présente méthode ne spécifie pas une sensibilité analytique unique. La sensibilité analytique est déterminée suivant les besoins du mesurage et les conditions présentes lors de la préparation de l'échantillon.

2.5

asbestiforme

type spécifique de minéral fibreux dans lequel les fibres et les fibrilles possèdent une haute résistance à la traction et une grande souplesse

2.6

amiante

groupe de 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, flexibles et solides

NOTE Les numéros d'enregistrement du Chemical Abstracts Service pour les variétés d'amiante les plus courantes sont: chrysotile (12001-29-5), crocidolite (12001-28-4), amiante grünerite (amosite) (12172-73-5), amiante anthophyllite (77536-67-5), amiante trémolite (77536-68-6) et amiante actinolite (77536-66-4).

2.7

structure d'amiante

fibre d'amiante individuelle, ou tout groupement contigu ou formé par chevauchement de fibres ou de faisceaux d'amiante, avec ou sans particules associées

2.8

rapport d'aspect

rapport de la longueur d'une particule à sa largeur

2.9

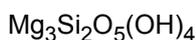
blanc

comptage de fibres effectué sur un échantillon préparé à partir d'un filtre non utilisé, pour déterminer la concentration en bruit de fond

2.10

chrysotile

variété fibreuse de serpentine minérale, ayant une composition de formule chimique brute:



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

2.11**clivage**

fracture d'un minéral dans l'une de ses directions cristallographiques

2.12**fragment de clivage**

fragment de cristal délimité par les plans de clivage

2.13**agglomérat**

structure fibreuse dans laquelle plusieurs fibres ou faisceaux de fibres sont orienté(e)s au hasard et forment un groupement continu

2.14 **fibre dénombrable**

tout objet présentant une longueur supérieure à 5 μm , une largeur maximale inférieure à 3 μm et un rapport d'aspect minimal de 3:1

2.15**analyse en dispersion d'énergie des rayons X**

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

2.16**témoin**

filtre qui a été emporté sur le site de prélèvement et dont la cassette a été ouverte et refermée, et, par la suite, utilisée pour déterminer le nombre de fibres en bruit de fond

2.17**fibre**

particule allongée qui a des côtés parallèles ou étagés et ayant un rapport d'aspect minimal de 3:1

2.18**faisceau de fibres**

structure composée de fibres parallèles apparemment attachées sur leur longueur

NOTE Un faisceau de fibres peut présenter des fibres divergentes à l'une ou aux deux extrémités. La longueur est définie comme étant égale à la longueur maximale de la structure et le diamètre est défini comme étant égal à la largeur maximale dans la zone compacte.

2.19**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

2.20**structure fibreuse**

fibre ou groupement contigu de fibres, avec ou sans particules associées

2.21**faciès**

forme cristalline caractéristique ou combinaison des formes d'un minéral, y compris les irrégularités caractéristiques

2.22

champ

zone de l'échantillon de filtre affichée sur l'écran du tube cathodique

2.23

limite de détection

concentration calculée de fibres en suspension dans l'air, équivalant à la limite supérieure de confiance à 95 %, de 2,99 fibres prévues par la loi de Poisson lorsque le comptage indique zéro fibre

NOTE Elle est exprimée en fibres par mètre cube.

2.24

grossissement

rapport entre la dimension de l'image d'un objet sur l'écran du tube cathodique et la dimension réelle de l'objet

NOTE Pour les besoins de la présente Norme internationale, les valeurs de grossissement se réfèrent toujours à celles applicables à l'écran du tube cathodique.

2.25

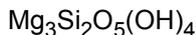
matrice

structure dans laquelle une ou plusieurs fibre(s) ou un ou plusieurs faisceau(x) de fibres sont en contact avec, liés à ou partiellement dissimulés par une particule unitaire ou un groupe contigu de particules non fibreuses

2.26

serpentine

groupe de minéraux communs de formule chimique brute:



ITIH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2.27

fibre dédoublée

agglomérat de fibres qui, en un ou en plusieurs point(s) de sa longueur, semble être compact et non dédoublé, tandis qu'il semble se diviser en fibres séparées en d'autres points

ISO 14966:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c006f0ae-bdce-4e88-b077-411d3537b022/iso-14966-2002>

2.28

structure

fibre individuelle, faisceau de fibres, agglomérat ou matrice

3 Abréviations

CRT	Tube à rayons cathodiques
EDXA	Analyse en dispersion d'énergie des rayons X
FWHM	Largeur totale à mi-hauteur
PTFE	Polytétrafluoroéthylène
MEB	Microscope électronique à balayage
UICC	Union internationale contre le cancer

4 Principe

Un échantillon de particules en suspension est recueilli en aspirant un volume mesuré d'air à travers un filtre à membrane à pores capillaires, métallisé à l'or, de 0,8 µm de porosité maximale, qui est ensuite analysé au microscope électronique à balayage (MEB). Avant d'être analysé, le filtre métallisé à l'or est traité dans un four à plasma pour supprimer le maximum de particules organiques possible. Les particules fibreuses individuelles et les fibres constituantes d'une aire de filtration sélectionnée au hasard sont ensuite comptées avec un grossissement d'environ 2 000 ×. Lorsqu'une fibre est détectée avec ce grossissement, elle est analysée avec un grossissement supérieur d'environ 10 000 × pour mesurer ses dimensions. Ce grossissement d'environ 10 000 × permet l'analyse en dispersion d'énergie des rayons X (EDXA) pour classer la fibre en fonction de sa composition chimique.

La limite de détection de cette méthode est définie comme la concentration en nombre de fibres au-dessous de laquelle, avec un intervalle de confiance de 95 %, se situe la concentration réelle lorsque l'examen par microscopie électronique à balayage ne détermine aucune fibre. La limite de détection peut, en théorie, être abaissée indéfiniment par la filtration de volumes de plus en plus importants d'air et l'examen par microscopie électronique à balayage d'une surface plus importante de l'échantillon. Dans la pratique, la limite de détection la plus basse pour une zone particulière par microscopie électronique à balayage est déterminée par la concentration totale des particules en suspension restantes après la phase de traitement au four à plasma.

Une limite de détection d'approximativement 300 fibres par mètre cube est obtenue lorsqu'un volume d'air de 1 m³ par centimètre carré de surface de filtre passe à travers le filtre, et lorsqu'une surface de filtre de 1 mm² est examinée par microscope électronique à balayage. Cela correspond à un échantillon de volume d'air évalué à 0,01 m³.

5 Appareillage et matériaux

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Prélèvement d'air

5.1.1 Tête d'échantillonnage

ISO 14966:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c006f0ae-bdce-4e88-b077-411d3b5f6049/iso-14966-2002>

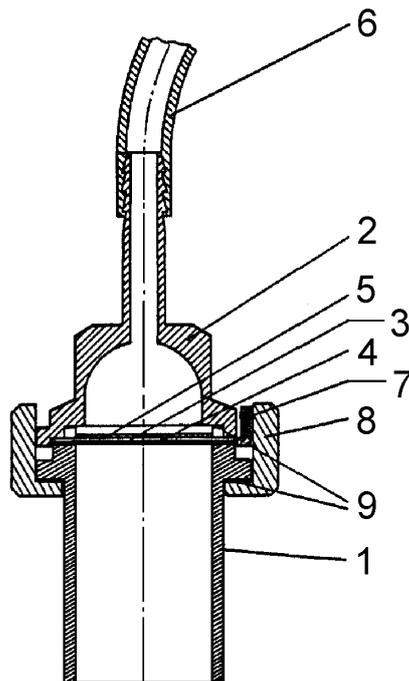
Une cassette en trois éléments, en plastique conducteur et démontable, peut être utilisée comme tête d'échantillonnage, à condition qu'elle soit conçue de manière qu'il n'y ait aucune fuite significative autour du filtre. Une unité réutilisable peut également être utilisée comme tête d'échantillonnage, comprenant un support avec cylindre de protection et un filtre support. La Figure 1 présente un exemple de tête d'échantillonnage appropriée. Il convient que le matériau du cylindre de protection et du support de filtre soit résistant à la corrosion. Le filtre doit être fixé de sorte qu'il n'y ait aucune fuite significative autour du filtre pour des pertes de charge jusqu'à environ 50 kPa (voir B.4). Il convient que la longueur du cylindre de protection soit comprise entre 0,5 et 2,5 fois le diamètre effectif du filtre (le diamètre de la zone de filtre circulaire exposée par laquelle l'air est aspiré). Lorsque des vitesses de vent supérieures à 5 m/s sont possibles au cours du prélèvement, utiliser un cylindre de protection de grande taille avec un rapport longueur/diamètre effectif de 2,5.

5.1.2 Ligne d'échantillonnage.

La Figure 2 présente un exemple de ligne d'échantillonnage adéquate. Le réglage du débit volumétrique peut être effectué en utilisant soit une vanne d'étranglement (3), soit un régulateur de débit volumétrique (8) conjointement avec une vanne de régulation (4).

5.1.3 Pompe de prélèvement, exempte de pulsations ou amortie contre les pulsations, pouvant maintenir, avec une perte de charge d'au moins 50 kPa au niveau du filtre, un débit volumétrique compris entre 8 l/m et 30 l/m suivant le diamètre de filtre utilisé.

Pour atteindre la sensibilité analytique requise, un débit de 8 l/min est requis lorsqu'un filtre de 25 mm de diamètre est utilisé. Ce débit est équivalent à une vitesse frontale approximative à travers le filtre de 35 cm/s, qui donne un différentiel de pression d'environ 50 kPa. La pompe de prélèvement doit être capable de maintenir le débit prévu à ± 10 % pendant toute la période de prélèvement.



Légende

- | | | | |
|---|------------------------|---|--|
| 1 | Cylindre de protection | 6 | Tuyau d'aspiration |
| 2 | Support du filtre | 7 | Galet de fixation |
| 3 | Postfiltre | 8 | Collier de fixation |
| 4 | Filtre à membrane | 9 | Joints d'étanchéité en polytétrafluoroéthylène |
| 5 | Grille support | | |

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14966:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c006f0ae-bdce-4e88-b077->

Figure 1 — Exemple de configuration d'une tête d'échantillonnage

5.1.4 Vanne pointeau, équipé d'un mécanisme de réglage précis, pour le réglage du débit volumétrique.

5.1.5 Débitmètre volumétrique (rotamètre), pour le réglage du débit volumétrique.

5.1.6 Chronomètre, pour mesurer la durée d'échantillonnage.

5.1.7 Compteur à gaz sec (facultatif), pour mesurer les volumes, étalonné et conçu pour un débit volumétrique maximal de 2 m³/h.

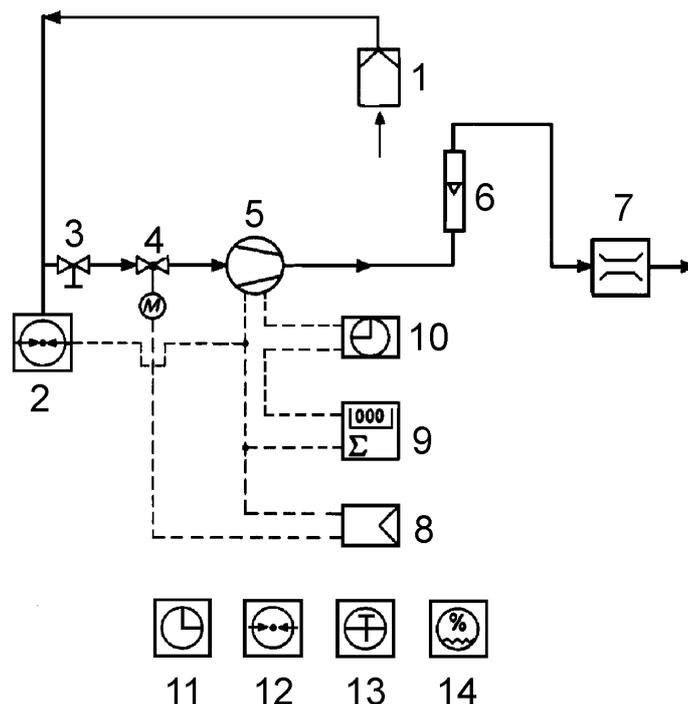
5.1.8 Instruments météorologiques (facultatifs), pour enregistrer les conditions météorologiques au cours du prélèvement.

Des instruments tels qu'un thermomètre, un hygromètre, un baromètre et un appareil enregistreur de la vitesse et de la direction du vent sont nécessaires.

5.1.9 Instruments destinés à un prélèvement non contrôlé (facultatif).

Le prélèvement non contrôlé requiert l'utilisation d'un régulateur de débit volumétrique pour maintenir le débit à ± 10 % du débit nominal, avec un système d'arrêt automatique de la pompe de prélèvement lorsque le débit dépasse ou chute au-dessous de la bande de tolérances fixées. Le régulateur de débit peut être intégré au bloc d'aspiration.

Un programmeur est requis pour pré-régler le cycle de prélèvement d'air. Un manomètre intégrant un interrupteur est nécessaire pour arrêter la pompe de prélèvement lorsque le différentiel de pression à travers le filtre d'échantillonnage augmente d'une valeur préétablie.



Légende

- | | |
|--|---|
| 1 Tête d'échantillonnage ou cassette | 8 Régulateur de débit volumétrique (facultatif) |
| 2 Manomètre | 9 Enregistreur de la durée d'échantillonnage (facultatif) |
| 3 Vanne d'étranglement (facultative) | 10 Programmeur (facultatif) |
| 4 Vanne de régulation (facultative) | 11 Chronomètre |
| 5 Pompe | 12 Thermomètre (facultatif) |
| 6 Débitmètre à section variable | 13 Baromètre (facultatif) |
| 7 Compteur à gaz (facultatif) avec thermomètre | 14 Hygromètre (facultatif) |

Figure 2 — Exemple d'une ligne d'échantillonnage appropriée

5.2 Préparation des filtres

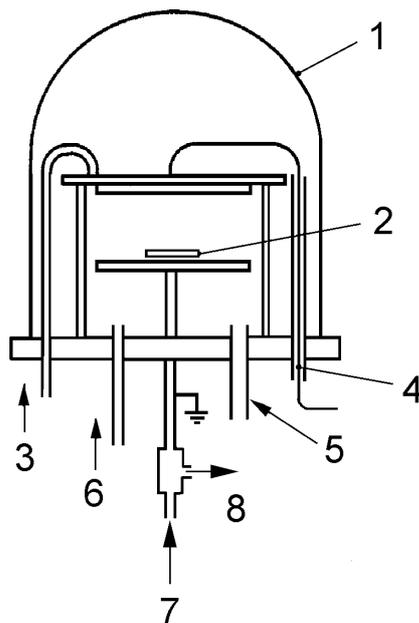
5.2.1 Évaporateur sous vide, capable de produire un vide supérieur à 0,013 Pa.

Un appareil de dépôt sous vide est requis pour le dépôt sous vide d'or sur les filtres à membrane à pores capillaires, et pour le dépôt de carbone sur les échantillons MEB lorsque la densité des particules est telle que l'éprouvette est extrêmement chargée.

Un appareil à pulvérisation cathodique permet également de satisfaire aux exigences relatives au dépôt d'or des filtres à pores capillaires.

5.2.2 Four à plasma, alimenté en oxygène, pour oxyder les particules organiques de l'éprouvette MEB.

La Figure 3 présente un exemple de configuration d'un four à plasma approprié. La chambre du four peut être couplée par capacité ou induction. Une attention particulière doit être apportée pour veiller à ne pas endommager l'éprouvette au cours du traitement au four à plasma. Une méthode d'essai pour déterminer les conditions appropriées de fonctionnement du four à plasma est décrite en B.3.



Légende

- | | |
|--|--------------------------------------|
| 1 Cloche | 5 Raccord pour la pompe à vide |
| 2 Filtre dans l'anneau de préparation | 6 Entrée d'air |
| 3 Entrée de l'oxygène | 7 Entrée de l'eau de refroidissement |
| 4 Alimentation du générateur de plasma | 8 Sortie de l'eau de refroidissement |

Figure 3 — Exemple de configuration d'un four à plasma

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c006f0ae-bdce-4e88-b077-411d3b5f6049/iso-14966-2002>
 ISO 14966:2002

5.3 Analyse des échantillons

5.3.1 Microscope électronique à balayage (MEB), ayant une tension d'accélération minimale de 20 kV, requis pour le comptage et l'identification des fibres.

5.3.2 Système à dispersion d'énergie des rayons X, pour le MEB, capable d'atteindre une définition supérieure à 170 eV (FWHM) sur le pic MnK_{α} .

La performance d'une combinaison particulière du microscope électronique à balayage et du détecteur à rayons X à semi-conducteurs dépend d'un certain nombre de facteurs géométriques. Ainsi, la performance requise de la combinaison du MEB et de l'analyseur à rayons X est spécifiée en termes d'intensité de rayons X mesurée à partir d'une fibre chrysotile de 0,2 μm de largeur, dans les conditions de fonctionnement utilisées au cours de l'analyse. Les détecteurs à rayons X à semi-conducteurs sont moins sensibles dans la région de faible énergie, et ainsi la détection du sodium dans le crocidolite est un critère supplémentaire de performance.

La combinaison de ces instruments doit satisfaire aux exigences minimales relatives à la visibilité des fibres, comme spécifié en 6.4.1, et à l'identification des fibres, comme spécifié en 6.4.3.

5.3.3 Stéréomicroscope, présentant un grossissement d'environ 20 \times , pour l'examen visuel du dépôt de particules sur le filtre.

5.3.4 Filtres en polycarbonate à pores capillaires métallisés à l'or, de 0,8 μm de porosité nominale maximale, pour le prélèvement des échantillons d'air.

Le dépôt d'or doit être d'environ 30 nm d'épaisseur, appliqué sur la face brillante du filtre. Le mode opératoire de métallisation des filtres à l'or est décrit dans l'annexe A.

NOTE Une procédure facultative consiste à appliquer par évaporation une couche d'or de 20 nm d'épaisseur sur l'envers du filtre. Ce dépôt vise à protéger le filtre lors du traitement au four à plasma et peut contribuer à l'amélioration du contraste des fibres dans l'image du MEB.

5.3.5 Postfiltres, à membrane en ester de cellulose, ou des supports absorbants, d'environ 5 µm de porosité, à utiliser comme filtres diffuseurs à l'arrière des filtres de prélèvement des échantillons.

5.3.6 Cassettes jetables en plastique (facultatif).

Lorsque des cassettes jetables en plastique sont utilisées, elles doivent se composer de trois éléments de diamètre compris entre 25 mm et 50 mm, conformes aux exigences de 5.1.1. La cassette doit être chargée d'un filtre en polycarbonate à pores capillaires métallisés à l'or de 0,8 µm de porosité maximale, déposé sur un filtre en ester de cellulose d'environ 5 µm de porosité. Toutes les précautions nécessaires doivent être prises pour que les filtres soient bien fixés dans l'ensemble de façon qu'il n'y ait aucune fuite d'air significative autour du filtre.

La réutilisation des cassettes jetables en plastique n'est pas recommandée.

5.3.7 Oxygène techniquement pur, pour l'utilisation du four à plasma.

5.3.8 Tuyaux de raccordement en caoutchouc, pour le raccordement de la tête d'échantillonnage à la pompe et d'autres équipements de la ligne d'échantillonnage.

Le tuyau doit présenter une épaisseur de paroi suffisante pour résister à un vide de 50 kPa. Un tuyau en caoutchouc silicone satisfait aux exigences.

5.3.9 Récipients pour contenir des filtres, pour le transport et le stockage des filtres dans le cas d'utilisation de système porte-filtres autres que des cassettes jetables.

5.3.10 Outils et fournitures courants pour microscopie électronique.

Des brucelles à pointes fines, des scalpels, des lames porte-objets, du ruban adhésif double-face, des supports d'échantillons pour microscope électronique à balayage, une colle au carbone et d'autres fournitures courantes sont requises. La métallisation des filtres à l'or à l'aide d'un évaporateur sous vide nécessite l'utilisation d'un fil d'or et de filaments de tungstène. Pour un dépôt du carbone, l'utilisation d'électrodes en carbone pur de qualité spectroscopique et d'un moyen d'aiguisage des électrodes sont requis.

5.3.11 Échantillon d'essai de résolution.

La mise au point des conditions de fonctionnement du MEB nécessite l'utilisation d'un filtre en polycarbonate métallisé à l'or, sur lequel ont été déposées des fibres de chrysotile d'une largeur inférieure à 0,2 µm.

5.3.12 Échantillon pour l'étalonnage du grossissement.

L'étalonnage du grossissement du microscope électronique à balayage nécessite l'utilisation d'un échantillon d'essai. L'étalon de grossissement SRM484e (U.S. National Institute of Standards and Technology) est un exemple d'échantillon conforme à l'exigence.

6 Prélèvement et analyse des échantillons d'air

6.1 Programme de mesurage

Il est important de tenir compte des aspects particuliers de la situation pour déterminer la signification des mesurages dans l'espace et dans le temps. Il est par conséquent essentiel de définir l'objectif des mesurages avant de prélever les échantillons. Il convient de tenir compte des données disponibles sur les sources d'émission, les conditions météorologiques et la situation locale pour obtenir le plus d'informations possible sur les mesurages. Il convient de sélectionner le nombre de mesurages individuels à effectuer selon la tâche particulière. Il est plus particulièrement recommandé de spécifier l'exactitude requise de la concentration moyenne des fibres inorganiques avant de prélever les échantillons, dans la mesure où l'erreur de chaque mesurage individuel doit être