

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
24095

ISO/TC 146/SC 2

Secrétariat: ANSI

Début de vote:
2021-06-09

Vote clos le:
2021-08-04

Air des lieux de travail — Lignes directrices pour le mesurage de la fraction alvéolaire de la silice cristalline

Workplace air — Guidance for the measurement of respirable crystalline silica

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 24095](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4795fd91-4720-4917-a605-79e01f56156e/iso-fdis-24095>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 24095:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 24095](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4795fd91-4720-4917-a605-79e01f56156e/iso-fdis-24095)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4795fd91-4720-4917-a605-79e01f56156e/iso-fdis-24095>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Exigences relatives à la qualité des analyses	3
6 Contrôles administratifs	3
7 Prélèvement	4
7.1 Généralités.....	4
7.2 Dispositif de prélèvement.....	4
7.3 Filtres et mousses.....	5
7.4 Dispositifs de mesure du débit de prélèvement et pompes.....	5
7.5 Durée de prélèvement.....	6
7.6 Transport.....	7
8 Procédures	7
8.1 Manipulation des cassettes porte-filtres.....	7
8.2 Validation de la méthode.....	7
8.3 Étalonnage.....	8
8.4 Préparation des échantillons.....	9
8.5 Mesurage des échantillons.....	10
8.5.1 Limite de détection.....	10
8.5.2 Diffraction de rayons X.....	10
8.5.3 Analyse infrarouge.....	10
8.6 Variation instrumentale.....	11
8.6.1 Diffraction de rayons X.....	11
8.6.2 Analyse infrarouge.....	11
9 Contrôle qualité interne	11
10 Vérification externe et évaluation de l'incertitude	12
11 Rapport d'essai	13
11.1 Exigences minimales pour le rapport.....	13
11.2 Données à archiver par le laboratoire.....	13
Annexe A (informative) Polymorphes de la silice cristalline et leurs interférences	14
Annexe B (informative) Quantification de la cristobalite par diffraction des rayons X	20
Annexe C (informative) Exemple de carte de contrôle qualité pour la silice cristalline alvéolaire	24
Annexe D (informative) Estimation de l'incertitude élargie des mesures de la silice cristalline alvéolaire	26
Annexe E (informative) Différences entre les dispositifs de prélèvement (cyclones et autres types)	37
Annexe F (informative) Utilisation des données des essais d'aptitude pour évaluer la performance des méthodes par diffraction de rayons X (DRX) et infrarouges (IR) en présence d'interférences	39
Bibliographie	44

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

La silice cristalline alvéolaire (RCS, de l'anglais «respirable crystalline silica») constitue un danger pour la santé des travailleurs dans beaucoup d'industries en cas d'exposition par inhalation. Il est nécessaire que les hygiénistes du travail et autres professionnels de santé publique déterminent l'efficacité des mesures prises pour contrôler l'exposition des travailleurs. Des prélèvements d'échantillons d'air pendant le travail et des mesurages de la quantité de RCS présente sont souvent effectués pour évaluer l'exposition individuelle, l'efficacité de la protection respiratoire ou l'efficacité d'autres dispositions. Des études ont démontré que les procédures visant à assurer la qualité des mesurages de la RCS devaient être suivies afin de garantir l'adéquation des résultats avec l'objectif fixé. Cela s'applique d'autant plus si l'on souhaite mesurer avec exactitude la RCS à des niveaux inférieurs aux valeurs limites d'exposition professionnelle applicables, où une plus grande variabilité des mesures peut être observée. Une incertitude de mesure raisonnable peut être atteinte avec des dispositions appropriées pour limiter le biais et la variabilité des mesures, et l'utilité des mesurages de la RCS permettant de prendre des décisions adaptées pour protéger la santé des travailleurs peut être maintenue. Le présent document est destiné à ceux qui sont impliqués dans la détermination de la quantité de RCS sur les lieux de travail, tels que les agences de santé et de sécurité au travail, les hygiénistes du travail, les professionnels de santé et de sécurité, les laboratoires d'analyse, les utilisateurs industriels et leurs travailleurs. Il convient que les lecteurs soient conscients que dans certains pays, il existe des exigences réglementaires relatives à l'assurance qualité de ces mesurages.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 24095](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4795fd91-4720-4917-a605-79e01f56156e/iso-fdis-24095)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4795fd91-4720-4917-a605-79e01f56156e/iso-fdis-24095>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 24095

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4795fd91-4720-4917-a605-79e01f56156e/iso-fdis-24095>

Air des lieux de travail — Lignes directrices pour le mesurage de la fraction alvéolaire de la silice cristalline

1 Domaine d'application

Le présent document fournit des lignes directrices relatives aux mesurages de la silice cristalline alvéolaire dans l'air en utilisant une méthode directe sur filtre ou des méthodes indirectes d'analyse par diffraction de rayons X et infrarouge, incluant les aspects qualité des mesurages. Le domaine d'application du présent document inclut les polymorphes de silice cristalline suivants: quartz, cristobalite et tridymite.

Ces lignes directrices sont destinées à être utilisées conjointement avec les méthodes d'analyse suivantes, sous la juridiction de l'ISO TC 146, SC 2: ISO 16258-1, ISO 16258-2 et ISO 19087. Utilisé avec l'un de ces documents, ces lignes directrices contribuent à garantir que les procédures de mesure satisfont aux exigences d'incertitude spécifiées dans l'ISO 20581, afin de permettre la comparaison des résultats aux valeurs limites d'exposition professionnelle (VLEP) conformément à l'EN 689.

Ces lignes directrices sont également appropriées pour l'analyse des filtres obtenus à partir des mesurages du pouvoir de resuspension conformément à l'EN 15051^[4] et à l'EN 17289^[35].

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 7708, *Qualité de l'air — Définitions des fractions de taille des particules pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé*

ISO 13137, *Air des lieux de travail — Pompes pour l'échantillonnage individuel des agents chimiques et biologiques — Exigences et méthodes d'essai*

ISO 18158, *Qualité de l'air — Terminologie*

ISO/IEC 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

EN 13205, *Exposition sur les lieux de travail — Évaluation des performances des dispositifs de prélèvement pour le mesurage des concentrations de particules en suspension dans l'air*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 18158 ainsi que les suivants, s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>.

**3.1
silice cristalline alvéolaire
RCS**

particules de silice cristalline qui peuvent pénétrer dans les voies respiratoires non ciliées

**3.2
substrat de collecte**

milieu sur lequel des agents chimiques et/ou biologiques en suspension dans l'air sont collectés en vue d'une analyse ultérieure

Note 1 à l'article: Dans l'analyse de RCS, les filtres ou les mousses de polyuréthane, seuls ou contenus dans des capsules ou cassettes, sont des exemples de substrats de collecte de particules en suspension dans l'air. Les solutions à impacteur ne sont pas applicables.

[SOURCE: ISO 18158:2016, 2.2.3.7, modifiée pour être applicable au mesurage de la RCS]

**3.3
filtre d'analyse**

filtre adapté utilisé pour réaliser l'analyse de RCS

Note 1 à l'article: Pour l'analyse directe sur filtre, le substrat de collecte est le filtre d'analyse.

Note 2 à l'article: Pour l'analyse indirecte, la poussière est retirée du substrat de collecte et redéposée sur un filtre d'analyse.

4 Principe

iTeh STANDARD PREVIEW

Le présent document a pour objectif de fournir des informations permettant de sélectionner la méthode la plus appropriée pour l'analyse de RCS. En outre, des informations sont fournies pour réduire au minimum l'incertitude de mesure. Par conséquent, les sections du présent document traitent des nombreux facteurs qui peuvent influencer la variabilité d'une mesure autour de la valeur vraie. L'incertitude d'une mesure de la qualité de l'air est la combinaison de la variabilité des mesures par rapport à la valeur vraie, provenant à la fois du prélèvement et de l'analyse chimique. Dans ces deux grandes rubriques sont inclus d'autres facteurs, dont certains sont illustrés ci-dessous.

- a) Facteurs organisationnels:
 - 1) stratégie;
 - 2) méthode;
 - 3) formation et expérience.
- b) Facteurs liés au mesurage:
 - 1) dispositifs de prélèvement;
 - 2) étalonnage;
 - 3) préparation des échantillons;
 - 4) variation instrumentale;
 - 5) interférences.

La variabilité de ces facteurs individuels vient s'ajouter à l'incertitude de mesure. À certaines étapes du processus de prélèvement et d'analyse, les facteurs qui contribuent à la variance d'une mesure peuvent être surveillés et contrôlés pour réduire l'incertitude élargie. Une telle approche permet de réduire au minimum la variabilité des mesures.

Les contributions quantifiables à l'incertitude liée au mesurage de la silice cristalline dans l'air sont illustrées à la [Figure 1](#), dans le diagramme classique de cause et effet souvent utilisé comme aide pour évaluer l'incertitude de mesure.

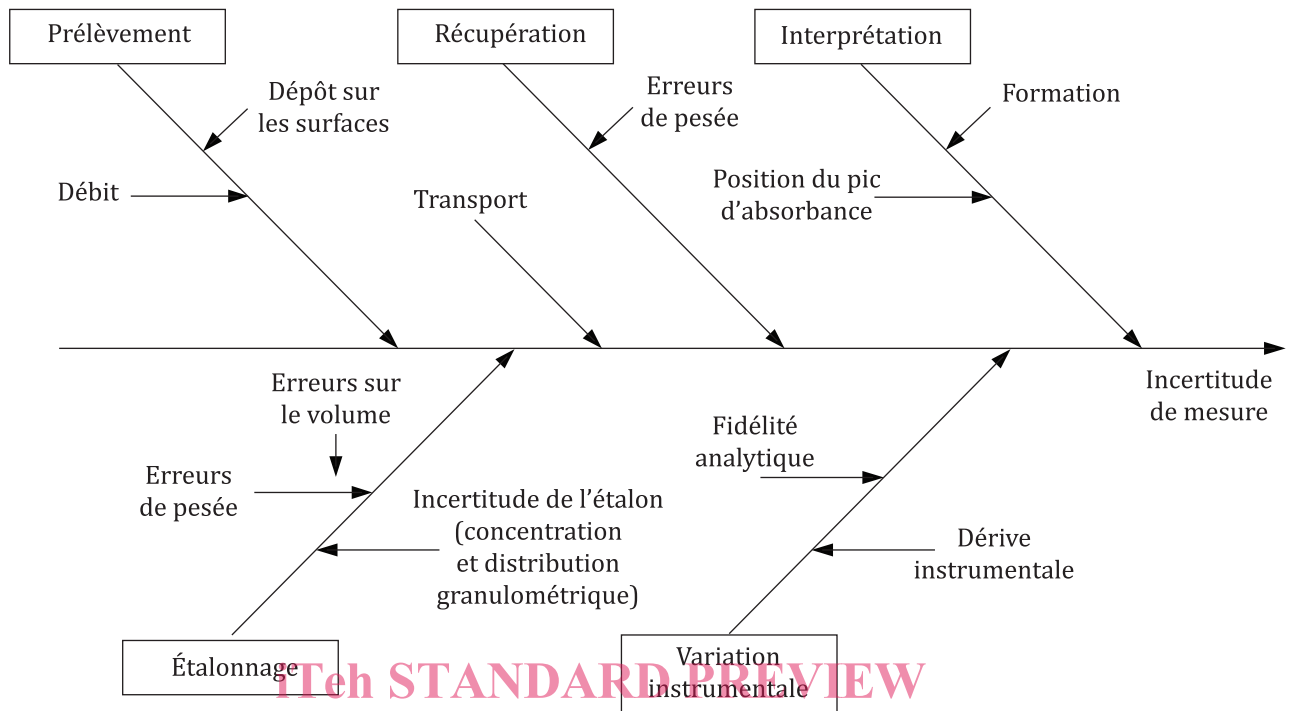


Figure 1 — Diagramme de cause et effet illustrant les sources d'incertitude dans le mesurage de la silice cristalline alvéolaire

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4795fd91-4720-4917-a605-79e01f56156e/iso-fdis-24095>

5 Exigences relatives à la qualité des analyses

Il convient d'examiner le niveau de qualité analytique nécessaire pour un contrôle efficace en hygiène industrielle avant d'établir des exigences en vue d'un programme d'assurance qualité. Les procédures statistiques de contrôle qualité peuvent déterminer ce qui est actuellement réalisable en termes de fidélité et de biais intralaboratoire et interlaboratoires et peuvent fournir quelques éclaircissements sur l'exactitude relative des différentes méthodes, mais elles ne déterminent pas quels sont les niveaux souhaitables de justesse et de fidélité.

L'existence d'exigences réglementaires imposant de prendre des mesures correctives lorsque des limites d'exposition sont dépassées influe sur les exigences de qualité analytique.

NOTE Les critères de performance fixent des limites à l'incertitude élargie des analyses d'hygiène industrielle pour réduire la possibilité de prendre des décisions incorrectes du fait d'une mauvaise fidélité des résultats (ISO 20581). Cette incertitude inclut le manque de fidélité des méthodes de prélèvement et d'analyse et est fixée à un maximum de $\pm 30\%$ à la valeur limite d'exposition et à $\pm 50\%$ à environ la moitié de la valeur limite. Le National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH) aux États-Unis stipule une exigence d'exactitude élargie de $\pm 25\%$ pour ses méthodes d'hygiène industrielle basées sur des essais en laboratoire^[2]. L'exigence d'exactitude du NIOSH peut être étendue à $\pm 35\%$ lorsque l'exactitude est déterminée par une comparaison des méthodes sur le terrain^[3]. La relation entre les différentes approches pour déterminer les limites d'incertitude a été étudiée^[4,5].

6 Contrôles administratifs

L'ISO/IEC 17025 traite spécifiquement de l'établissement d'un système de management pour assurer la traçabilité des mesures. Dans certains pays, une accréditation selon l'ISO/IEC 17205 peut être une exigence législative.

La communication entre ceux qui prélèvent les échantillons et ceux qui les analysent est encouragée dans tous les cas, mais elle est particulièrement importante lorsque l'analyste ne prépare pas le support de prélèvement.

Il convient que les responsables de laboratoires déterminent si les analystes devraient bénéficier d'une formation en minéralogie et/ou sur des techniques analytiques avancées telles que l'analyse de pic par ajustement des profils et les interférences spectrales.

7 Prélèvement

7.1 Généralités

La stratégie de prélèvement doit être adaptée aux objectifs de l'enquête.

NOTE L'EN 689 spécifie une stratégie de prélèvement. La Référence [6] du NIOSH et la Référence [7] de l'American Industrial Hygiene Association (AIHA) constituent d'autres exemples.

Il convient de tenir compte de facteurs supplémentaires, à savoir les durées minimales de prélèvement pour les faibles concentrations et les durées maximales de prélèvement pour les concentrations élevées.

Les pompes conformes aux exigences de l'ISO 13137 sont privilégiées et la principale exigence concernant la pulsation du débit de la pompe de l'ISO 13137 doit être satisfaite pour les pompes utilisées.

NOTE Le CEN/TR 15230^[8] contient des informations concernant les procédures de prélèvement sélectives de la fraction granulométrique.

Le matériel de prélèvement et le substrat de collecte associé doivent être compatibles avec la méthode d'analyse prévue. Certaines méthodes recommandées ou officielles spécifient le dispositif de prélèvement à utiliser. Les modifications apportées aux méthodes officielles ou recommandées doivent être validées pour s'assurer qu'elles sont adaptées et comparables.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4795fd91-4720-4917-a605-79e01f56156e/iso-fdis-24095>

7.2 Dispositif de prélèvement

Un dispositif de prélèvement spécifique doit prélever des aérosols conformément à la définition de la pénétration sélective de la fraction alvéolaire de l'ISO 7708, sauf exigence contraire de la réglementation locale, et doit avoir des performances répondant aux exigences de l'EN 13205. Des conventions pour le dépôt de particules^[10] peuvent également être prises en considération. L'étanchéité de tous les raccordements de la ligne de prélèvement doit être vérifiée avant utilisation afin d'éviter toute fuite.

En raison de la variété des dispositifs de prélèvement disponibles, il est important de prendre en considération les aspects pratiques de leur utilisation. L'un des aspects les plus importants est le débit de prélèvement requis, tant du point de vue de la taille, de la masse, du coût de la pompe à utiliser et de la durée de prélèvement privilégiée que de celui de la limite de détection (LD) et de la limite de quantification (LQ), mais à l'inverse de la susceptibilité de colmatage. Certains dispositifs de prélèvement peuvent présenter des problèmes spécifiques tels que des dépôts de particules sur les parois, l'orientation par rapport au vent, la possibilité de nettoyage et de réutilisation, voire la complexité de l'étalonnage et la vérification des débits. Se reporter à l'Annexe E pour des informations sur les différences de performance des dispositifs de prélèvement. Consulter la notice d'information du produit avant de l'utiliser.

NOTE Le dispositif de prélèvement le plus couramment utilisé pour la sélection de la fraction alvéolaire est le mini-cyclone et différents modèles sont disponibles. Plusieurs d'entre eux sont conçus pour être raccordés à un porte-filtre contenant un filtre destiné à collecter les particules alvéolaires séparées. Au cours des dernières années, il a été démontré que les particules passant à travers le cyclone qui sont ensuite censées se déposer sur le filtre peuvent être au lieu de cela attirées vers les parois du porte-filtre si celles-ci sont en plastique non conducteur^[10]. Il est prévu que ces particules fassent partie de l'échantillon, mais celles-ci ne sont pas incluses si seul le dépôt du filtre est analysé. Il est recommandé d'utiliser des cassettes en plastique conducteur (antistatique) afin de disposer les filtres plutôt que des cassettes en plastique non conducteur.

7.3 Filtres et mousses

Les filtres doivent avoir un diamètre adapté au dispositif de prélèvement choisi. Le type de filtre choisi pour le prélèvement doit avoir un rendement de filtration d'au moins 95 % sur l'étendue granulométrique des particules à collecter (1 μm à 10 μm)^[11]. La plupart des filtres à membrane polymère, à l'exception des filtres en polycarbonate, indépendamment de la taille nominale des pores, présentent cette caractéristique pour la plupart des débits. Les mousses sont généralement associées à un dispositif de prélèvement spécifique et seul le type de mousses fourni avec ce dispositif doit être utilisé. Un type de filtre différent de la mousse ou du filtre utilisé pour le prélèvement peut être préféré pour l'analyse. La redéposition d'un échantillon de mousse ou de filtre collecté sur un autre filtre ou un autre support est généralement appelée analyse indirecte, par opposition à une analyse directe où le filtre de prélèvement est directement inséré dans l'instrument d'analyse. S'il est possible de redéposer l'échantillon sur un substrat différent de celui utilisé pour le prélèvement, cette étape peut contribuer à augmenter l'incertitude de la procédure. Il convient d'apprécier les avantages ou les inconvénients que peut entraîner une redéposition face à d'autres considérations (la régularité et l'épaisseur du dépôt sur le filtre, l'élimination de composés interférents, etc.). Les filtres ne sont pas tous appropriés pour toutes les méthodes d'analyse. Par exemple, les filtres en argent conviennent à l'analyse par diffraction de rayons X (DRX), mais pas à la spectroscopie infrarouge (IR). Les filtres en polychlorure de vinyle (PVC), en polypropylène ou en copolymère de PVC-acrylonitrile ont des caractéristiques infrarouges appropriées^[12], mais une pastille de bromure de potassium peut également être créée pour une analyse indirecte^[13]. Le matériau du filtre peut se dégrader si le prélèvement est effectué dans un environnement particulièrement humide.

7.4 Dispositifs de mesure du débit de prélèvement et pompes

L'étalonnage du dispositif utilisé pour mesurer le débit s'écoulant à travers une pompe de prélèvement doit pouvoir être raccordé à des étalons nationaux ou internationaux par un organisme accrédité à cet effet. Les débitmètres à flotteur (rotamètres) ne sont pas raccordés à des étalons nationaux ou internationaux et peuvent uniquement être utilisés pour indiquer la possibilité d'un écart par rapport aux débits de la plage admissible. Des corrections des lectures de débit des rotamètres peuvent être nécessaires pour tenir compte des variations de la masse volumique de l'air résultant de conditions de température, de pression et d'humidité relative qui diffèrent de celles de l'étalonnage initial du rotamètre. Avant utilisation, la lecture d'un rotamètre utilisé à cette fin doit être vérifiée avec un étalon raccordé à des étalons primaires. Les conditions extrêmes de température et de pression peuvent avoir une influence sur les débitmètres volumétriques et il convient que ceux-ci soient étalonnés de sorte à fournir des mesures exactes dans les conditions du lieu de travail. Les débitmètres massiques nécessitent d'être corrigés en fonction de la masse volumique de l'air. Des corrections ne sont nécessaires que lorsque les conditions sur le site diffèrent sensiblement de celles dans lesquelles le contrôle de débit a été initialement réalisé (par exemple selon la loi universelle des gaz une variation de température de 10 °C modifierait le volume prélevé d'environ 3 %, mais un changement d'altitude de plusieurs milliers de mètres aurait un effet bien plus considérable). Si le débit a été réglé à distance du site de prélèvement, il convient de procéder à un contrôle du débit de la ligne de prélèvement à proximité du site de l'activité professionnelle afin de s'assurer que la pompe fonctionne correctement et que tout ajustement nécessaire est effectué avant le prélèvement.

Il convient que la batterie de la pompe de prélèvement soit totalement chargée avant le prélèvement. Lors du prélèvement d'échantillons individuels, il convient que le port d'une pompe de prélèvement par le personnel ne nuise pas à l'activité normale. Les pompes de prélèvement doivent être conformes aux dispositions de l'ISO 13137 ou à une norme de performance équivalente. La plupart des pompes ont un débit réglable et disposent d'un moyen de réglage spécifique du débit. Il est requis que le dispositif de prélèvement fonctionne à un débit spécifique (nominal) afin de répondre à des critères de sélection par fraction granulométrique spécifiés pour la collecte d'une fraction alvéolaire. Une pulsation excessive du débit entraînera des écarts par rapport aux performances requises^[14]; de ce fait, les pompes utilisées à cette fin doivent satisfaire aux exigences de l'essai de pulsation donné dans l'ISO 13137. Les pompes doivent maintenir le débit nominal à ± 5 % près pendant toute la durée de prélèvement et doivent donc intégrer un indicateur de défaut de débit ou être soumises à une vérification fréquente de leur débit pendant toute la durée de prélèvement afin de détecter tout écart de débit. Avant le prélèvement, la valeur du débit doit être réglée de sorte à se rapprocher autant que possible de la

valeur du débit nominal et, dans tous les cas, dans une plage de ± 5 % du débit nominal. Le débit d'avant-prélèvement doit être enregistré. Si le débit dans le dispositif de prélèvement est vérifié à intervalles réguliers pendant la durée de prélèvement au moyen d'un rotamètre, ce dispositif ne nécessite pas d'étalonnage raccordé à des étalons nationaux ou internationaux. Si, au cours du prélèvement, le débit ne se situe pas dans cet intervalle de ± 5 % de la valeur nominale, la personne enregistrant la mesure du débit doit en informer la personne en charge de communiquer les résultats afin que celle-ci note cette observation dans le rapport final. En cas de prélèvement de très fortes concentrations, les débits peuvent descendre en dessous de 95 % de la valeur nominale et la perte de charge résultant de l'accumulation de poussière sur le filtre dépasse alors la capacité de compensation du débit de la pompe. Le dispositif de prélèvement est retiré de la pompe à la fin de la durée de prélèvement. Le débit s'écoulant dans la pompe et le dispositif de prélèvement utilisé pour régler le débit d'avant-prélèvement doit être mesuré après le prélèvement et faire l'objet d'un rapport. Lorsque la mesure du débit après le prélèvement correspond à ± 5 % de la valeur avant prélèvement, la valeur avant prélèvement, la valeur moyenne ou la valeur nominale peuvent être utilisées pour calculer la concentration conformément à la procédure normalisée utilisée^[15]. Lorsque la mesure du débit après le prélèvement ne correspond pas à ± 5 % de la valeur nominale, l'utilisateur des résultats doit tenir compte du fait que les performances de sélection par fraction granulométrique du dispositif de prélèvement peuvent avoir été compromises. Par conséquent, les résultats peuvent n'avoir aucune validité, même si seule la valeur de débit faible ou de débit élevé est utilisée pour calculer la concentration.

7.5 Durée de prélèvement

7.5.1 Choisir une durée de prélèvement adaptée à la tâche de mesure tout en s'assurant qu'elle est suffisamment longue pour permettre de déterminer la quantité de RCS avec une incertitude acceptable à des niveaux significatifs pour l'hygiène industrielle. De nombreuses VLEP pour la RCS sont exprimées selon une durée moyenne d'un poste de 8 h et il convient que le nombre d'échantillons et/ou les durées de prélèvement soient donc suffisants pour garantir une couverture appropriée. Si les postes de travail sont plus longs et l'exposition se prolonge, des durées de prélèvement plus longues peuvent être nécessaires, de même qu'un ajustement conséquent de la VLEP.

NOTE Si la durée de prélèvement minimale nécessaire pour obtenir une sensibilité analytique est trop longue, il faut envisager la possibilité d'utiliser un dispositif de prélèvement conçu pour être utilisé à un débit plus élevé ou de modifier la procédure d'analyse pour obtenir une plus grande sensibilité.

7.5.2 Lorsque des concentrations élevées de particules en suspension dans l'air sont attendues, la durée de prélèvement peut être réduite afin de ne pas risquer de surcharger le filtre de particules (avec des échantillons supplémentaires ultérieurs si nécessaires lorsque la conformité à une VLEP est soumise à essai). Bien que de nombreuses méthodes publiées avertissent de ne pas dépasser 2 mg de dépôt total, cette recommandation est très prudente, car des charges allant jusqu'à 4 mg ont circulé dans des essais interlaboratoires sans constater de perte significative d'échantillon^[16]. Cependant, il est également nécessaire de tenir compte des effets d'absorption de matrice de la charge d'échantillon sur la valeur maximale admissible. Le Tableau 4 de la Référence [17] montre que dans le «cas le plus défavorable» d'un échantillon étalon, qui a été défini comme étant composé de 5 % de quartz dans une matrice avec un coefficient d'absorption des rayons X de 1 000 (hématite), la valeur critique où l'écart par rapport à l'étalonnage linéaire de la diffraction des rayons X (DRX) est de 20 % est de 2 mg sur un filtre de 2,1 cm de diamètre. Par conséquent, au-dessus de cette charge, il convient d'appliquer des corrections appropriées afin de tenir compte de la non-linéarité. Si l'échantillon est composé à 80 % de quartz, l'écart sera nettement plus faible (voir Figure 17) et, comme l'effet dépend également du coefficient d'absorption massique de l'interfèrent, un coefficient «caractéristique» de 40 (avec du feldspath ou de la calcite) conduirait à une valeur critique de 2,4 mg·cm⁻² pour le quartz à 80 %. Sur un filtre de 2,1 cm de diamètre, cela représente une charge supérieure à 4 mg avant la non-linéarité.

7.5.3 Lorsque des concentrations de RCS inférieures à 0,1 mg·m⁻³ sont attendues ou si des mesurages sont effectués pour déterminer les concentrations pendant des tâches ou événements de courte durée, il faut considérer que la quantité d'échantillon prélevée pour la quantification peut être insuffisante si le débit de prélèvement est faible. Il peut être nécessaire d'envisager l'utilisation d'un dispositif de prélèvement qui fonctionne à un débit plus élevé pour une sensibilité appropriée.

7.5.4 Les effets de matrice dans les procédures IR et DRX limitent la possibilité d'analyse lorsque la RCS représente moins de 1 % de la poussière collectée. Lorsque les concentrations de poussière sont élevées et la teneur en silice est faible, et lorsque les modes opératoires de réduction de la matrice ne peuvent pas être appliqués, la teneur en silice de la poussière prélevée ne peut pas être quantifiée. Par conséquent, cela rend impossible la confirmation de la présence de RCS autour d'une VLEP, même en prélevant de plus grands volumes d'air.

NOTE Par exemple, si la concentration de poussières alvéolaires est supérieure à $2,5 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-3}$, il est potentiellement impossible de détecter la RCS à un niveau de «1 %» de $0,025 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-3}$ et, par conséquent, il ne peut y avoir aucune certitude de conformité avec une VLEP de $0,025 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-3}$ lorsque le résultat d'analyse de la RCS est «aucune particule détectée». Il est donc utile de mesurer l'aérosol collecté par gravimétrie afin d'être en mesure de détecter la RCS et d'avertir les clients de cette situation. L'élimination de la matrice, par exemple par traitement acide ou traitement thermique, peut être utilisée pour réduire la quantité d'aérosol et améliorer la capacité à détecter des pourcentages plus faibles de RCS dans les poussières alvéolaires. Cependant, même en réduisant la quantité d'échantillon, il peut être difficile de confirmer la conformité en l'absence de détection. Par exemple, si la concentration de poussière est de $5 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-3}$ et 50 % sont de la calcite, l'élimination de la calcite ne fait qu'aboutir à la même situation que celle décrite ci-dessus. Il est donc recommandé de peser à nouveau les échantillons après réduction pour identifier cette situation.

7.6 Transport

Pour la plupart des charges normales (< 4 mg), l'échantillon (de poussière alvéolaire) reste en toute sécurité sur les filtres spécifiés en 7.3 et n'est pas perdu si l'échantillon est manipulé avec soin. Des échantillons d'essai contenant jusqu'à 4 mg de borax sur des membranes filtrantes en fibre de verre et en PVC ont été envoyés par voie postale sans perte significative de matériau sur le filtre^[16].

NOTE Pour les méthodes indirectes, l'anticipation des pertes d'échantillon dans la cassette peut être abordée au cours de la phase de préparation de l'échantillon. Cependant, les pertes d'échantillon dans la cassette peuvent entraîner un biais pour l'analyse directe sur filtre.

ISO/FDIS 24095

8 Procédures <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4795fd91-4720-4917-a605-79e01f56156e/iso-fdis-24095>

8.1 Manipulation des cassettes porte-filtres

Il convient que l'utilisateur se réfère aux instructions de manipulation fournies par le fabricant. Dans le cas d'un sélecteur à cyclone, il convient de stocker et d'ouvrir les sélecteurs de fraction alvéolaire en maintenant le cyclone qui recueille la fraction non alvéolaire en position verticale en dessous de la cassette. S'assurer de l'étanchéité des cassettes porte-filtres. Il convient de faire tout particulièrement attention à l'ouverture de la cassette porte-filtre afin d'éviter les pertes de poussière. Il convient de vérifier visuellement l'état de la cassette et de noter la présence de tout dépôt de poussière sur les parois, s'il n'est pas prévu de l'analyser dans la procédure. Il est toutefois à noter que les fines particules de poussière sont pratiquement invisibles sur la plupart des matériaux de cassette, si bien que l'absence de dépôts visibles ne peut être considérée comme une preuve de l'absence de dépôts de poussière. Afin de réduire les dépôts de poussière sur les parois, il peut être utile d'utiliser des cassettes conductrices antistatiques^[10].

8.2 Validation de la méthode

Les laboratoires doivent employer uniquement des méthodes validées publiées ou des méthodes pour lesquelles il a été démontré par validation qu'elles présentent des caractéristiques de performance comparables ou supérieures à celles des méthodes publiées. Un guide Eurachem^[18] décrit le processus de validation des méthodes. En cas d'écarts par rapport à une méthode normalisée, le laboratoire doit alors démontrer que les changements donnent des résultats comparables et mentionne les modifications lorsque les résultats sont consignés dans le rapport.

8.3 Étalonnage

Il est recommandé de mentionner dans le rapport le matériau utilisé pour préparer les échantillons étalons. Un traitement du matériau de référence au cours de l'étalonnage peut aussi modifier les caractéristiques granulométriques de la poussière lorsque celle-ci est redéposée et ainsi conduire à des absorbances en IR et à des profils de pic de diffraction variables.

La fréquence de l'étalonnage dépend de la stabilité de l'instrument et de l'expérience des analystes. En DRX, un ré-étalonnage fréquent est inutile lorsqu'il est démontré qu'un étalonnage donne des résultats satisfaisants, sous réserve que les conditions instrumentales et les paramètres des instruments soient maintenus pour la méthode d'analyse, qu'un moniteur externe soit utilisé pour corriger l'étalonnage pour la dérive du tube et que des programmes de contrôle qualité et/ou d'assurance qualité externes soient mis en place pour surveiller les performances de la procédure.

Avec la technique DRX comme avec l'analyse IR, la réponse obtenue est sensible à la distribution granulométrique des particules sur le filtre d'analyse et des étalons différents peuvent présenter une légère différence de granulométrie, ce qui peut entraîner des écarts de résultats entre les laboratoires. Le mesurage de l'aire des pics conduit à une variabilité plus faible en DRX du fait que, lorsque la taille médiane des particules diminue, la forme du pic s'élargit, ce qui diminue la hauteur. La hauteur du pic est généralement mesurée pour l'analyse IR.

Lorsque l'incertitude d'une mesure contribue de manière significative à l'incertitude élargie, ces mesures doivent être raccordées à des étalons nationaux ou internationaux. La pesée d'une faible quantité de microgrammes (< 200 µg) doit être effectuée sur une balance d'une résolution de 1 µg. Cela nécessite également l'utilisation de masses certifiées de classe E2 pour vérifier l'étalonnage de la balance. L'humidité et les effets électrostatiques peuvent affecter la stabilité de la pesée (voir ISO 15767). Des procédures de pesée des filtres sont données dans l'ISO 15767.

Les bonnes pratiques de laboratoire préconisent l'utilisation d'au moins six niveaux de concentrations d'échantillons étalons afin de réduire l'erreur-type de la droite de régression à un niveau acceptable et de trois répliques par niveau de concentration. Comme de nombreuses procédures de préparation normalisées impliquent une dilution en série à partir d'une seule suspension mère, envisager d'utiliser deux solutions mères préparées indépendamment l'une de l'autre pour la vérification. Pour réduire l'incertitude sur la droite d'étalonnage aux faibles niveaux de mesurages, certaines méthodes d'analyse directe sur filtre pour la RCS préconisent 30 échantillons étalons du fait de la difficulté de réaliser des répliques. Il importe que les échantillons étalons soient répartis de façon homogène sur la plage d'analyse afin d'éviter qu'un modèle de régression ou tout autre modèle d'étalonnage ne soit pondéré de façon excessive par des points aberrants, ce qui pourrait conduire à des différences significatives entre les résultats. Lorsque l'étalonnage produit des données présentant un écart-type qui varie en fonction de la masse de RCS (hétéroscédastique), une régression pondérée peut être appropriée pour l'analyse. Il convient de vérifier l'étalonnage avec un échantillon connu fourni par un essai d'aptitude, ou avec un échantillon de référence dopé.

Afin de réduire autant que possible le biais, la préparation des étalons doit être en adéquation avec l'objectif fixé. Pour les méthodes directes d'analyse sur filtre, il convient que la procédure de préparation des étalons soit en adéquation avec les méthodes de collecte des échantillons. Pour les méthodes par dépôt, il convient que la procédure de préparation des étalons soit en adéquation avec les méthodes de préparation des échantillons.

Si la poussière utilisée pour l'étalonnage dans un laboratoire n'est pas un matériau de référence certifié (MRC) renfermant une quantité connue de RCS, il convient de comparer la réponse de la poussière utilisée pour l'étalonnage à celle de ces matériaux pour déterminer le biais potentiel. Il convient de noter que les MRC peuvent également avoir une cristallinité différente, ce qui peut conduire à des résultats variables lorsqu'ils sont utilisés pour l'étalonnage de l'analyse d'un échantillon. Si le profil du pic d'absorbance ou de diffraction se situe en dehors de l'intervalle de répétabilité de la mesure et est considéré comme étant significatif à l'intervalle de confiance de 95 %, il convient alors d'appliquer un facteur de correction au résultat final ou d'étalonnage. Il convient que le résultat transmis au client se fonde sur l'étalonnage corrigé de la pureté et la cristallinité de la poussière utilisée pour l'étalonnage.

Par exemple si la DRX est utilisée et si la différence entre les résultats des aires des pics pour un échantillon du matériau de référence en vrac est supérieure ou inférieure à 2,26 écarts-types de 10 mesures de l'aire des pics de la poussière en vrac utilisée pour l'étalonnage (distribution t de Student pour neuf degrés de liberté), le facteur de correction pour la cristallinité de la poussière d'étalonnage est donné par la [Formule \(1\)](#):

$$\frac{\bar{A}_{\text{CM}}}{A_{\text{Ref}}} \frac{w}{100} \quad (1)$$

où

\bar{A}_{CM} est l'aire moyenne, en coups par seconde, du ou des pics principaux du matériau d'étalonnage;

A_{Ref} est l'aire, en coups par seconde, du ou des mêmes pics principaux du MRC ou de l'étalon de travail ayant une concentration connue de RCS;

w est la fraction massique, en pourcentage, de silice cristalline dans le MRC ou l'étalon de travail.

Pour les poussières d'étalonnage courantes, il est également possible d'obtenir les valeurs de correction pour le quartz α dans les travaux publiés^[19].

Pour de plus amples informations sur ces techniques, se reporter à l'ISO 16258-1, l'ISO 16258-2 et à l'ISO19807.

8.4 Préparation des échantillons

Certaines méthodes d'analyse exigent de récupérer la poussière sur le filtre d'origine pour permettre un traitement de l'échantillon et l'élimination des interférences, puis de redéposer la poussière récupérée sur un autre filtre. La pratique la plus adaptée consiste à préparer plusieurs étalons à partir d'une solution d'étalonnage et de les soumettre à l'ensemble du processus de préparation des échantillons afin de vérifier le taux de récupération. Si la différence entre la valeur cible et les résultats obtenus à partir des échantillons de l'essai du taux de récupération est nettement plus importante que la fidélité attendue pour la procédure, il convient alors d'appliquer un facteur de correction sur le taux de récupération. Par exemple, si la valeur cible s'écarte de plus de deux écarts-types de la fidélité attendue des taux de récupération (déterminée à partir d'essais d'aptitude, d'un contrôle qualité, de données publiées ou de données de validation de la méthode).

S'agissant de méthodes par redéposition, il est recommandé aux laboratoires de choisir la technique de «purification» de l'échantillon la plus appropriée au regard de la matrice minérale présente dans l'échantillon. Cela augmentera également le pourcentage de silice dans la poussière, ce qui peut être utile pour détecter de faibles concentrations (voir 7.5.4). La calcination dans un four peut éliminer les matières carbonées (utiliser à chaque fois de nouveaux creusets pour la calcination dans des fours à moufle) et les acides dilués peuvent éliminer les carbonates^[20]. Si les carbonates ne sont pas éliminés, une réaction avec la silice peut avoir lieu à des températures élevées, entraînant la formation de silicates. Certaines matrices interférentes, telles que celles renfermant des silicates, peuvent être mieux traitées par purification de l'échantillon avant analyse. Cela peut être réalisé par digestion acide^[21]. Cette procédure ne permet pas une élimination efficace de certains silicates (comme les feldspaths et les argiles), et peut provoquer la perte de très petites particules de RCS et entraîner la formation de silice amorphe.

Pendant le processus de redéposition, il convient, lors de la filtration de la suspension de silice cristalline, de veiller à la parfaite étanchéité afin d'éviter toute fuite entraînant une perte d'échantillon. Il convient d'utiliser des ultrasons avant la filtration pour s'affranchir des agglomérats de particules en suspension et garantir une bonne homogénéité. Placer environ 2 ml de solvant dans l'entonnoir de filtration avant de verser l'échantillon pour former un matelas pour la suspension et contribuer à l'homogénéité de la surface.

En DRX, les paramètres liés à la préparation des échantillons sont l'homogénéité, la granulométrie des particules, les dimensions de la surface d'échantillon exposée au faisceau de rayons X, l'épaisseur