
**Air ambient — Dosage des fibres
d'amiante — Méthode par microscopie
électronique à transmission par
transfert direct**

*Ambient air — Determination of asbestos fibres — Direct transfer
transmission electron microscopy method*

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 10312:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/75ea62ba-622f-4848-9cfd-01dc041690db/iso-10312-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/75ea62ba-622f-4848-9cfd-01dc041690db/iso-10312-2019>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 10312:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/75ea62ba-622f-4848-9cfd-01dc041690db/iso-10312-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/75ea62ba-622f-4848-9cfd-01dc041690db/iso-10312-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et abréviations	5
5 Type d'échantillon	6
6 Plage de mesure	6
7 Limite de détection	6
8 Principe	7
9 Réactifs	8
10 Appareillage	8
10.1 Prélèvement d'air — Équipement et consommables.....	8
10.1.1 Cassette porte-filtre.....	8
10.1.2 Pompe de prélèvement.....	9
10.1.3 Support.....	9
10.1.4 Prélèvement sur individu.....	9
10.1.5 Débitmètre.....	9
10.2 Laboratoire de préparation des échantillons.....	9
10.3 Équipement d'analyse.....	10
10.3.1 Microscope électronique à transmission.....	10
10.3.2 Analyseur en dispersion d'énergie des rayons X.....	12
10.3.3 Four à plasma.....	12
10.3.4 Évaporateur sous vide.....	12
10.3.5 Pulvérisateur cathodique.....	12
10.3.6 Laveur à solvant (laveur Jaffe).....	13
10.3.7 Dissolveur à condensation.....	13
10.3.8 Plaque chauffante ou étuve.....	14
10.3.9 Bain à ultrasons.....	14
10.3.10 Réplique d'un réseau carbone.....	14
10.3.11 Grilles MET d'étalonnage pour SDEX.....	14
10.3.12 Aiguiseur d'électrodes en carbone.....	15
10.3.13 Micropipettes à embout jetable.....	15
10.4 Consommables.....	15
10.4.1 Grilles de microscope électronique en cuivre ou en nickel.....	15
10.4.2 Grilles de microscope électronique en or ou en nickel.....	15
10.4.3 Électrodes en carbone.....	15
10.4.4 Outils et fournitures courants pour microscopie électronique.....	15
10.4.5 Échantillons d'amiante de référence.....	15
10.4.6 Échantillons de référence de fibres minérales autres que l'amiante.....	16
11 Prélèvement des échantillons d'air	16
12 Mode opératoire d'analyse	17
12.1 Généralités.....	17
12.2 Nettoyage des cassettes de prélèvement.....	18
12.3 Préparation directe d'échantillons MET à partir de filtres en polycarbonate.....	18
12.3.1 Sélection de la surface du filtre pour le dépôt de carbone.....	18
12.3.2 Dépôt de carbone sur les parties de filtre.....	18
12.3.3 Préparation du laveur Jaffe.....	18
12.3.4 Mise en place des échantillons dans le laveur Jaffe.....	18

12.4	Préparation directe d'échantillons MET à partir de filtres en esters de cellulose.....	19
12.4.1	Sélection de la surface du filtre à préparer.....	19
12.4.2	Préparation de la solution pour réduire les filtres en esters de cellulose.....	19
12.4.3	Mode opératoire pour la réduction du filtre.....	19
12.4.4	Décapage plasma des surfaces du filtre.....	19
12.4.5	Dépôt de carbone.....	20
12.4.6	Préparation du laveur Jaffe.....	20
12.4.7	Mise en place des échantillons dans le laveur Jaffe.....	20
12.5	Critères d'acceptation des grilles d'échantillons MET.....	20
12.6	Mode opératoire de comptage des structures par MET.....	21
12.6.1	Généralités.....	21
12.6.2	Mesurage de la surface moyenne d'ouverture.....	21
12.6.3	Modes opératoires d'alignement et d'étalonnage du MET.....	22
12.6.4	Détermination du critère d'arrêt de l'examen au MET.....	22
12.6.5	Mode opératoire général de comptage et d'analyse des dimensions des structures.....	22
12.6.6	Exigences de grossissement.....	25
12.7	Déterminations des blancs et du contrôle qualité.....	26
12.8	Calcul des résultats.....	26
13	Caractéristiques de performance.....	27
13.1	Généralités.....	27
13.2	Interférences et limites à l'identification des fibres.....	27
13.3	Fidélité et exactitude.....	27
13.3.1	Fidélité.....	27
13.3.2	Exactitude.....	28
13.3.3	Analyses inter- et intralaboratoires.....	28
13.4	Limite de détection.....	28
14	Rapport d'essai.....	29
Annexe A (normative)	Détermination des conditions de fonctionnement du four à plasma.....	33
Annexe B (normative)	Modes opératoires d'étalonnage.....	34
Annexe C (normative)	Critères de comptage des structures.....	37
Annexe D (normative)	Mode opératoire d'identification des fibres.....	47
Annexe E (normative)	Détermination de la concentration en fibres et faisceaux d'amiante d'une longueur supérieure à 5 µm, et de la concentration en fibres d'amiante équivalent MOCP.....	64
Annexe F (normative)	Calcul des résultats.....	65
Annexe G (informative)	Stratégies de prélèvement d'échantillons d'air.....	71
Annexe H (informative)	Méthodes d'élimination des fibres de gypse.....	72
Bibliographie.....		73

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 3, *Atmosphères ambiantes*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10312:1995), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- l'utilisation de systèmes de visualisation électroniques équipés d'un logiciel de mesure est autorisée;
- la densité de particules maximale pour les échantillons MET est portée de 10 % à 25 %;
- un mode opératoire simplifié d'identification des fibres pour étudier les sources connues des variétés d'amiante réglementées et d'amiante richtérite/winchite est autorisé;
- les exigences en matière de rapport d'essai ont été modifiées pour permettre de consigner les concentrations de fibres et de faisceaux de plus de 5 µm de longueur et/ou les concentrations de fibres équivalent MOCP sans qu'il soit exigé de consigner les concentrations de structures supérieures ou égales à 0,5 µm;
- il n'est pas exigé de consigner les intervalles de confiance à 95 % des concentrations de fibres.

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

Le présent document est applicable au dosage de l'amiante en suspension dans l'air ambiant dans un nombre varié de situations, y compris les atmosphères intérieures des bâtiments, et à une évaluation détaillée de toute atmosphère. Les recherches médicales les plus avancées indiquant que la concentration numérique des fibres ainsi que leur taille sont les paramètres les plus pertinents pour évaluer les risques pour la santé liés à l'inhalation, une technique de comptage des fibres constitue la seule approche logique. La plupart des fibres en suspension 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. Le présent document est fondé 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. L'amiante en suspension dans l'air se présente souvent sous forme de mélange de fibres individuelles et de structures agrégées plus complexes qui peuvent également être ou non agrégées à d'autres particules. 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, si chaque fibre devait être identifiée de cette manière, le coût de l'analyse deviendrait prohibitif. En raison des insuffisances des instruments ou de la nature des particules, certaines fibres ne peuvent pas être formellement identifiées comme étant de l'amiante, même si les mesures indiquent toutes qu'elles pourraient en être. Des facteurs subjectifs interviennent dans ces mesurages et, par conséquent, une définition très précise du mode opératoire d'identification et de comptage des fibres d'amiante est nécessaire. La méthode spécifiée dans le présent document 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. Le présent document exige l'utilisation d'un mode opératoire très détaillé et logique pour réduire les aspects subjectifs du mesurage. La méthode d'enregistrement des données spécifiée dans le présent document est destinée à permettre une réévaluation des données de comptage des structures à mesure que de nouvelles données médicales sont 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 la surface d'un filtre bidimensionnelle peut être considéré comme apportant des modifications aux caractéristiques des particules; en outre, pour la plupart des échantillons, certaines caractéristiques sont également modifiées par les modes opératoires de préparation. Toutefois, les modes opératoires spécifiés dans le présent document sont destinés à réduire au minimum la perturbation de la matière particulaire recueillie et l'effet des perturbations qui se produisent peut être évalué.

Le présent document décrit la méthode d'analyse applicable à un seul filtre à air. Cependant, l'une des plus grandes erreurs qui peut se produire lors de la caractérisation de l'amiante dans les atmosphères ambiantes est associée à la variabilité entre des échantillons de filtre. Pour cette raison, il est nécessaire de prévoir un plan d'échantillonnage répété afin de déterminer l'exactitude et la fidélité du présent document.

Air ambiant — Dosage des fibres d'amiante — Méthode par microscopie électronique à transmission par transfert direct

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de référence utilisant la microscopie électronique à transmission pour déterminer la concentration en fibres et structures d'amiante en suspension dans l'air dans diverses atmosphères ambiantes, notamment les atmosphères intérieures de bâtiments, et pour évaluer en détail les structures d'amiante dans les atmosphères. Cette méthode permet de déterminer le(s) type(s) de fibres d'amiante présentes et comprend également le mesurage des longueurs, des largeurs et des rapports longueur/largeur des structures d'amiante. Elle ne peut pas faire la différence entre des fibres individuelles d'amiante et des fragments allongés (fragments de clivage et particules aciculaires) d'analogues non asbestiformes du même minéral amphibole^[13].

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 4225, *Qualité de l'air — Aspects généraux — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 4225 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 <http://www.electropedia.org/>.

3.1

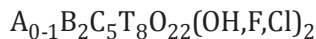
aculaire

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 nominale:



où

A = K, Na;

B = Fe²⁺, Mn, Mg, Ca, Na;

C = Al, Cr, Ti, Fe³⁺, Mg, Fe²⁺;

T = Si, Al, Cr, Fe³⁺, Ti

Note 1 à l'article: 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 (3.2) ayant un faciès *asbestiforme* (3.5)

3.4 sensibilité analytique

concentration calculée de *structures d'amiante* (3.7) en suspension par litre d'air, équivalant à l'observation d'une structure d'*amiante* (3.6) dans l'analyse

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en nombre de structures/litre.

Note 2 à l'article: La présente méthode ne spécifie pas de sensibilité analytique unique. La sensibilité analytique est déterminée par les besoins du mesurage et par les conditions observées sur l'échantillon préparé.

3.5 asbestiforme

type spécifique de minéral fibreux dans lequel les *fibres* (3.22) et les fibrilles possèdent une haute résistance à la traction et une grande souplesse

3.6 amiante

groupe de minéraux de silicates appartenant aux groupes des *amphiboles* (3.2) et des serpentines, qui se sont cristallisés en faciès *asbestiforme* (3.5), ce qui permet, lorsqu'ils sont traités ou broyés, de les séparer facilement en *fibres* (3.22) longues, fines, souples et solides

Note 1 à l'article: 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 grünenite (amosite) (12172-73-5), amiante anthophyllite (77536-67-5), amiante trémolite (77536-68-6) et amiante actinolite (77536-66-4). D'autres variétés d'amphibole asbestiforme, notamment l'amiante richtérite et l'amiante winchite^[19] peuvent également être présentes dans certains produits tels que la vermiculite et le talc.

3.7 structure d'amiante

fibre (3.22) individuelle ou tout groupement contigu ou formé par chevauchement de fibres ou de faisceaux d'*amiante* (3.6), avec ou sans particules associées

3.8 rapport longueur/largeur

rapport de la longueur d'une particule à sa largeur

3.9**blanc**

comptage de structures effectué sur des échantillons pour microscopie électronique à transmission 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: $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$

Note 1 à l'article: 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+} , de Fe^{2+} , de Fe^{3+} , de Ni^{2+} , de Mn^{2+} et de 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* (3.12)

Note 1 à l'article: En général, le broyage de l'amphibole non asbestiforme produit des fragments allongés conformes à la définition d'une fibre.

3.14**agglomérat**

structure dans laquelle deux ou plusieurs *fibres* (3.22), ou *faisceaux de fibres* (3.23) 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****ED**

technique utilisée en microscopie électronique permettant d'examiner la structure cristalline d'un échantillon

3.17**pouvoir de diffusion d'électrons**

capacité d'une couche mince de substance diffuse à dévier des électrons de leur direction d'origine

3.18**analyse en dispersion d'énergie des rayons X****SDEX**

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 est 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

Note 1 à l'article: Un tel filtre sert à déterminer le nombre de structures en bruit de fond.

3.21

fibrille

fibre (3.22) unitaire d' *amiante* (3.6) 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

Note 1 à l'article: Aux fins du présent document, une fibre est définie comme ayant un rapport longueur/largeur supérieur ou égal à 5/1 et une longueur minimale de 0,5 µm.

3.23

faisceau de fibres

structure composée de *fibres* (3.22) parallèles de diamètres inférieurs attachées sur leur longueur

Note 1 à l'article: 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* (3.22) avec ou sans particules associées

3.25

faciès

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

3.26

limite de détection

concentration de *fibres* (3.22) en suspension dans l'air calculée en structures par litre, équivalent à la limite supérieure de l'intervalle de confiance à 95 % de 2,99 structures prévue par la loi de Poisson pour un comptage de zéro structure

3.27

matrice

structure dans laquelle une ou plusieurs *fibres* (3.22) ou un ou plusieurs *faisceaux de fibres* (3.23) en contact sont attaché(e)s à ou partiellement dissimulé(e)s 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 MOCP

fibre équivalente en microscopie optique en contraste de phase

fibre (3.22) de rapport longueur/largeur supérieur ou égal 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 MOCP

structure équivalente en microscopie optique en contraste de phase

structure fibreuse (3.24) de rapport longueur/largeur supérieur ou égal 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**pixel**

plus petit élément formant une image auquel est assigné un niveau de gris

[SOURCE: ISO 23900-6:2015, 2.10]

3.32**structure primaire**

structure fibreuse (3.24) qui représente une entité distincte sur l'image du microscope électronique à transmission

3.33**réplication**

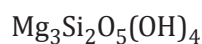
méthode de préparation d'échantillons de microscopie électronique dans laquelle une copie mince ou réplique d'une surface est faite

3.34**microdiffraction électronique en aire sélectionnée****SAED**

technique utilisée en microscopie électronique dans laquelle la structure cristalline d'une petite surface d'un échantillon est examinée

3.35**serpentine**

groupe de minéraux communs de formule chimique brute:

**3.36****structure**

fibre (3.22) individuelle, *faisceau de fibres* (3.23), *agglomérat* (3.14) ou *matrice* (3.27)

3.37**maclage**

phénomène par lequel des cristaux de même espèce sont accolés ensemble suivant une orientation particulière de sorte que les orientations relatives sont reliées par une loi bien définie

3.38**fibre non ouverte**

faisceau de fibres (3.23) d' *amiante* (3.6) de grand diamètre qui n'a pas été divisé en fibrilles ou *fibres* (3.22) le constituant

3.39**axe de zone**

ligne ou direction cristallographique à travers le centre d'un cristal qui est parallèle aux arêtes d'intersection des faces d'un cristal définissant la zone cristalline

4 Symboles et abréviations

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
DMF	diméthylformamide
ED	diffraction électronique
SDEX	analyse en dispersion d'énergie des rayons X
FWHM	largeur totale à mi-hauteur
HEPA	filtre de haute efficacité pour l'arrêt des particules
MEC	esters mélangés de cellulose
PC	polycarbonate
MOCP	microscopie optique en contraste de phase
SAED	microdiffraction électronique en aire sélectionnée
MEB	microscope électronique à balayage
MEBT	microscope électronique à transmission avec balayage
MET	microscope électronique à transmission
UICC	Union internationale contre le cancer

5 Type d'échantillon

La méthode est définie pour des filtres en polycarbonate à pores capillaires ou en esters de cellulose (esters mélangés de cellulose ou nitrate de cellulose) à travers lesquels un volume connu d'air a été aspiré.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/75ea62ba-622f-4848-9cfd-01dc041690db/iso-10312-2019>

6 Plage de mesure

La limite supérieure de la gamme de concentrations qui peut être déterminée sur le filtre est de 7 000 structures/mm². La limite inférieure de la gamme dépend de la surface des échantillons MET analysés, mais il est possible de mesurer des concentrations inférieures à 1 structure/mm². Les concentrations dans l'air représentées par ces valeurs sont fonction du volume d'air prélevé. Il n'existe pas de limite inférieure applicable aux dimensions des fibres d'amiante qui peuvent être détectées. Dans la pratique, les techniciens n'ont pas tous la même aptitude à détecter les fibres d'amiante très courtes. Par conséquent, une longueur minimale de 0,5 µm a été définie comme longueur des fibres les plus courtes à être intégrée aux résultats consignés.

La méthode prévoit également de mesurer les concentrations de fibres dont les tailles sont jugées avoir une importance biologique particulière (fibres et faisceaux > 5 µm) ainsi que les fibres dont les tailles sont définies dans les réglementations (fibres équivalent MOCP).

7 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 par le prolongement de l'examen des échantillons au microscope électronique. Dans la pratique, la limite de détection la plus basse qu'il est possible d'atteindre pour une surface particulière d'échantillon MET examinée est contrôlée par la concentration totale des particules en suspension.

Pour les concentrations totales de particules en suspension d'environ $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$, correspondant à des atmosphères rurales propres, et dans l'hypothèse d'une filtration de 4 000 l d'air, il est possible d'obtenir une sensibilité analytique de 0,5 structure/l, équivalant à une limite de détection de 1,8 structure/l, si une surface de $0,195 \text{ mm}^2$ d'échantillons MET est examinée. Pour les fibres de plus de $5 \mu\text{m}$ de longueur examinées sous un grossissement moins élevé, cette limite de détection peut être réduite d'un ordre de grandeur supplémentaire. En cas de 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 entraîne une augmentation proportionnelle de la sensibilité analytique.

Le cas échéant, des limites de détection moins élevées peuvent être atteintes en augmentant la surface des échantillons MET examinés. Pour atteindre des limites de détection inférieures pour les fibres et les faisceaux de plus de $5 \mu\text{m}$ de longueur, et pour les fibres équivalent MOCP, des grossissements moins élevés sont spécifiés et permettent d'étudier plus rapidement de plus grandes surfaces d'échantillons MET lorsque l'examen se limite à ces dimensions de fibres. La méthode d'analyse directe devient de plus en plus complexe et imprécise à mesure que la densité globale des particules du filtre de prélèvement d'échantillons augmente. Il est recommandé que la surface des ouvertures de grille occupée par les particules capables de dissimuler les fibres étudiées ne dépasse pas 25 % environ, ce qui correspond à environ $25 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ de surface de filtre. Les dimensions des particules en suspension dans l'air sur le filtre et la plage dimensionnelle des fibres évaluées déterminent le degré de recouvrement et de dissimulation potentiel de l'amiante. Si les particules totales en suspension sont essentiellement un matériau organique, la limite de détection peut être abaissée significativement en utilisant une méthode de préparation indirecte.

8 Principe

iTeh Standards

Un échantillon de particules en suspension dans l'air est recueilli en aspirant un volume mesuré d'air à travers soit un filtre à membrane en polycarbonate à pores capillaires d'une porosité maximale de $0,4 \mu\text{m}$, soit un filtre à membrane en esters de cellulose (esters mélangés de cellulose ou nitrate de cellulose) d'une porosité maximale de $0,45 \mu\text{m}$ au moyen d'une pompe alimentée sur le secteur ou par batterie. Les échantillons MET sont préparés à partir des filtres en polycarbonate par un mode opératoire de réplique sur carbone^[11] dans lequel un mince film de carbone est appliqué sur la surface du filtre par évaporation sous vide. De petites sections sont découpées dans le filtre carboné, placées sur des grilles d'échantillons MET et le milieu filtrant est dissous par un mode opératoire d'extraction au solvant. Ce mode opératoire laisse un mince film de carbone, réplique de la surface du filtre, qui recouvre les ouvertures de la grille d'échantillon MET et maintient chaque particule du filtre d'origine dans sa position d'origine. Les filtres en esters de cellulose sont traités chimiquement pour réduire la structure poreuse du filtre. La surface du filtre réduit est alors décapée par plasma d'oxygène^[23] pour s'assurer que toutes les particules sont exposées.^[12] Un mince film de carbone est déposé par évaporation à la surface du filtre et de petites sections sont découpées dans le filtre. Ces sections sont placées sur des grilles d'échantillons MET et le milieu filtrant est dissous par un mode opératoire d'extraction au solvant^[26].

Les grilles d'échantillons MET provenant de l'une ou l'autre méthode de préparation sont examinées à faible et à fort grossissements pour s'assurer qu'elles conviennent pour l'analyse avant d'effectuer une évaluation quantitative des structures sur des ouvertures de grille choisies au hasard. Lors de l'analyse MET, la diffraction électronique (ED)^[7] est utilisée pour examiner la structure cristalline d'une fibre, et sa composition élémentaire est déterminée par une analyse en dispersion d'énergie des rayons X (SDEX).^[6] 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. Un code simple est utilisé pour consigner pour chaque fibre la manière dont elle a été classée. Le mode opératoire de classification des fibres est fondé sur un examen successif de la morphologie, du diagramme de microdiffraction électronique en aire sélectionnée, ainsi que des analyses qualitative et quantitative en dispersion d'énergie des rayons X. La confirmation de l'identification du chrysotile se fait uniquement par ED quantitative et celle de l'amphibole se fait uniquement en combinant la SDEX quantitative et l'ED quantitative en axe de zone.

En plus de fibres isolées, les échantillons d'air ambiant contiennent souvent des agrégats plus complexes de fibres, associés ou non à d'autres particules. Certaines particules sont composées de fibres

d'amiante et d'autres matériaux. Les fibres individuelles et les structures plus complexes sont appelées «structures d'amiante». Un système de codage est utilisé pour consigner le type de structure fibreuse et pour donner la meilleure description de chacune de ces structures complexes. Les deux codes évitent au technicien la nécessité d'interpréter les données de comptage des structures et permettent de faire cette évaluation ultérieurement sans avoir besoin de réexaminer les échantillons MET. Plusieurs niveaux d'analyse sont spécifiés, les niveaux supérieurs fournissant une approche plus rigoureuse pour l'identification des fibres. Le mode opératoire permet de définir un critère minimal pour l'identification requise des fibres, fondé sur les connaissances préalables, ou leur absence, concernant l'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. Les longueurs et les largeurs de toutes les structures et fibres classées sont consignées. Le nombre de structures d'amiante trouvées sur une surface connue de l'échantillon observée au microscope, ainsi que le volume équivalent d'air filtré à travers cette surface, sont utilisés pour calculer la concentration en structures d'amiante en suspension par litre d'air.

9 Réactifs

Pendant l'analyse, sauf mention contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau (9.1).

9.1 Eau, exempte de fibres.

Une alimentation en eau récemment distillée et exempte de fibres, ou une autre source d'eau exempte de fibres et d'agents pyrogènes, doit être utilisée. De l'eau récemment distillée, filtrée à travers un filtre en esters mélangés de cellulose d'une porosité de 0,1 µm, s'est avérée satisfaisante.

9.2 Chloroforme.

Qualité analytique, distillé dans un récipient en verre, conservé avec de l'éthanol à 1 % (fraction volumique).

9.3 1-méthyl-2-pyrrolidone

9.4 1,2-diaminoéthane (éthylènediamine)

9.5 Diméthylformamide

9.6 Acide acétique glacial

9.7 Acétone

10 Appareillage

10.1 Prélèvement d'air — Équipement et consommables

10.1.1 Cassette porte-filtre

Des dispositifs de contrôle sur le terrain comprenant des cassettes conductrices en trois éléments de 25 mm à 50 mm de diamètre doivent être utilisés pour le prélèvement des échantillons. La cassette doit être chargée avec un filtre en polycarbonate à pores capillaires d'une porosité maximale de 0,4 µm ou bien un filtre en esters mélangés de cellulose ou en nitrate de cellulose d'une porosité maximale de 0,45 µm. Si uniquement des fibres d'une longueur supérieure à 5 µm doivent être incluses dans le mesurage, l'utilisation de filtres en PC ou en MEC d'une porosité maximale de 0,8 µm est admise. Les deux types de filtres doivent être renforcés par un filtre en MEC ou en nitrate de cellulose d'une porosité de 5 µm et soutenus par un tampon de cellulose. Si des cassettes enfichables sont utilisées, lorsque les filtres sont en position, une bande de cellulose élastique ou un ruban adhésif doit être appliqué(e) pour