

Numération des fibres

243-1

<i>Normes (1) :</i>	Amiante Valeurs d'exposition moyenne pondérée: 0,2 fibre/cm³ crocidolite et amosite; 1 fibre/cm³ chrysotile, actinolite, trémolite et anthophyllite. Valeurs d'exposition de courte durée: 1 fibre/cm³ crocidolite et amosite; 5 fibres/cm³ chrysotile, actinolite, trémolite et anthophyllite. Fibres minérales naturelles, fibres minérales vitreuses artificielles et fibres synthétiques organiques: valeur d'exposition moyenne pondérée: 1 fibre/cm³ attapulgit, talc fibreux, wollastonite, laine de laitier, laine de roche, fibres réfractaires, microfibres de verre et fibres para-aramides (Kevlar®, Twaron®); 2 fibres/cm³ laine de verre.
<i>Échantillonnage :</i>	Filtre ECM, diamètre du filtre: 25 mm; diamètre des pores : 0,8 à 1,2 µm cassette: conductrice avec extension Débit: 0,5 à 16 L/min (0,5 à 2,5 L/min favorisé pour une exposition personnelle en milieu industriel) Volume : minimum 400 L à 0,1 fibre/cm³
<i>Méthode analytique</i>	Comptage des fibres par microscopie optique à contraste de phase

Notes et rapports scientifiques et techniques

IRSST

Direction des laboratoires (12^e étage)
505, boul. de Maisonneuve Ouest
Montréal (Québec)
H3A 3C2
Téléphone : (514) 288-1551
Télécopieur : (514) 288-9632

Cette méthode, produite au Programme Hygiène et toxicologie, a été mise à jour par Chantal Dion, chimiste et Gabrielle Chamberland, technicienne. Les auteures remercient Lyne Boivin pour le soin apporté à la mise en page de ce document.

- I. Les notes et rapports scientifiques et techniques font état d'expériences et de travaux menés par les équipes ou les services de l'IRSST.
- II. Les "méthodes analytiques" et "techniques" sont celles mises au point ou retenues par l'IRSST pour l'exécution de ses différents mandats.

L'utilisation des données incluses dans ces notes et rapports ainsi que l'application de ces méthodes et techniques se feront aux seuls risques de l'utilisateur: l'IRSST se dégage de toute responsabilité relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de telle utilisation ou telle application.

Dépôt légal
Bibliothèque nationale du Québec
4^e trimestre 1995

ISBN: 2-551-13421-8

ISSN: 0820-8395

© Institut de recherche en santé et en sécurité du travail du Québec, 1995

1. Principe de la méthode

- 1.1 Un volume d'air connu est aspiré à travers un filtre d'esters de cellulose mélangés(ECM) pour recueillir les fibres, selon la méthode décrite dans le Guide d'échantillonnage (2) et dans cette méthode (annexe 1).
- 1.2 Les filtres sont clarifiés et maintenus dans un milieu d'indice de réfraction plus petit ou égal à 1,46 favorisant l'observation des fibres.
- 1.3 Le comptage des fibres est effectué à l'aide d'un microscope optique avec condensateur pour contraste de phase, à un grossissement d'environ 400X.
- 1.4 Dans le contexte de la convention No.162 de l'Organisation Internationale du Travail, les termes "fibres respirables d'amiante" visent des fibres d'amiante dont le diamètre est inférieur à 3 μm et le rapport longueur-diamètre supérieur à 3:1. Seules les fibres d'une longueur supérieure à 5 μm seront prises en compte pour fins de mesures.

Le terme "amiante" vise la forme fibreuse des silicates minéraux appartenant aux roches métamorphiques du groupe des serpentines, c'est-à-dire le chrysotile (amiante blanc), et du groupe des amphiboles, c'est-à-dire l'actinolite, l'amosite (amiante brun, cummingtonite-grunérite), l'anthophyllite, le crocidolite (amiante bleu), la trémolite, ou tout mélange contenant un ou plusieurs de ces minéraux.

- 1.5 Cette méthode de comptage s'applique aussi à la numération des fibres autres que l'amiantes dont l'indice de réfraction est compatible avec la solution de montage (par exemple, fibres minérales vitreuses artificielles, fibres minérales naturelles et fibres para-aramides, etc.)

2. Domaine d'application

- 2.1 Le domaine d'application de la méthode correspond à des densités variant de 100 à 1300 fibres/mm². Il est fonction du volume échantillonné et de l'aire du champ de comptage. Des densités de fibres, de 25 à 100 fibres/mm², qui sont inférieures aux densités optimales peuvent être prises en considération pour évaluer l'exposition d'un travailleur, mais le coefficient de variation de la méthode n'est pas connu à ces densités.
- 2.2 Sensibilité
Les fibres dont le diamètre est inférieur à 0,25 μm ne sont pas détectées par la méthode (3). La limite optimale supérieure peut être accrue en utilisant une durée de prélèvement moindre ou en diminuant le débit tandis que la limite inférieure du domaine d'application de la méthode peut être abaissée en augmentant le volume d'échantillonnage.

3. Interférences

Toute autre fibre aéroportée peut interférer si elle possède les critères géométriques de numération décrits à la section 1.4. De plus, les chaînes de particules peuvent être confondues avec des fibres. De fortes concentrations de particules non fibreuses peuvent cacher des fibres dans le champ de vision et augmenter la limite inférieure d'application de la méthode.

4. Précision et exactitude

4.1 Coefficient de variation

Dans sa méthode officiel #7400 Critères A, NIOSH rapporte un coefficient de variation (Sr) de 0,115 à 0,13 (4). Une étude de l'IRSST, réalisée avec 12 compteurs, a donné des coefficients de variation moyens de $0,28 \pm 0,08$ avec des échantillons générés en laboratoire et de $0,34 \pm 0,12$ avec des échantillons prélevés directement en industries (5).

4.2 Contrôle de qualité

4.2.1 Filtres d'esters de cellulose mélangés

a) Vérification des filtres.

Le contrôle de qualité des filtres d'esters de cellulose mélangés consiste à vérifier chaque nouveau lot de filtres avant qu'il ne soit utilisé.

À la réception d'un nouveau lot de trois à dix boîtes, deux boîtes sont vérifiées. Pour un lot de dix à quinze boîtes, trois boîtes sont vérifiées. Prendre quatre filtres par boîte de cent à raison de un par paquet de vingt-cinq. Dans chacun des paquets d'une boîte, prélever le filtre dans une section différente, soit respectivement dans le premier quart, le second quart, etc.

Monter les filtres selon la méthode décrite à la section 7.1 de ce document et compter selon les critères mentionnés à la section 7.2. Ceux-ci sont considérés comme les blancs de laboratoire. Jeter le lot de filtres si la moyenne est supérieure ou égale à 5 fibres par 100 champs de réticule.

Si un paquet sur quatre n'est pas acceptable, reprendre un filtre par paquet et les vérifier. Si à nouveau un filtre sur quatre n'est pas acceptable, la boîte est rejetée. Dans le cas d'un lot de trois à dix boîtes où deux boîtes sont contrôlées, si une boîte sur deux est rejetée, en vérifier une troisième. Un nouveau rejet entraîne le refus du lot. Dans le cas d'un lot de onze à quinze boîtes où trois boîtes sont contrôlées, si une boîte sur trois est rejetée alors contrôler une quatrième boîte; le rejet entraîne le refus du lot.

b) Blancs de terrain.

Préparer et compter les blancs de terrain (voir annexe 1) avec les échantillons de terrain. Noter les résultats de chaque blanc de terrain. Calculer la moyenne des comptes effectués sur les blancs de terrain et soustraire cette valeur de chaque compte d'échantillon.

Note 1: L'identité des blancs doit demeurer inconnue au compteur jusqu'à ce que les numérations soient complétées.

Note 2: Si un blanc de terrain donne un résultat supérieur à 7 fibres/100 champs, noter une contamination possible des échantillons.

4.2.2 Programme de contrôle de qualité intra-laboratoire des compteurs de fibres.

a) Documenter la précision de chaque compteur du laboratoire par des numérations répétitives de lames.

1) Maintenir une série de lames de référence pour être utilisée sur une base journalière comme faisant partie du programme d'assurance qualité du laboratoire. Ces lames devraient consister en des préparations de filtres incluant une gamme de densités et de niveaux de poussières provenant de diverses sources incluant des échantillons générés en laboratoires et d'autres prélevés sur le terrain. Le responsable de l'assurance qualité doit garder les lames de référence et fournir à chaque compteur un minimum d'une lame de référence par jour de travail. Il devrait changer périodiquement les étiquettes sur les lames de référence de sorte que les compteurs ne deviennent pas familiers avec les échantillons.

2) Sans connaître le numéro de l'échantillon, répéter la numération sur les lames de référence et estimer les coefficients de variation, S_r , intra-laboratoire et intercompteur. Déterminer différentes valeurs de coefficient de variation pour chaque matrice d'échantillons analysés dans chacun des domaines suivants: 5 à 50 fibres dans 100 champs de réticule (6 à 65 f/mm²) et 51 à 100 fibres dans 100 champs de réticule (66 à 125 f/mm²) et 100 à 500 fibres dans 100 champs (126 à 635 f/mm²). Maintenir des graphiques de contrôle de qualité pour chacune de ces données.

b) Refaire des numérations au hasard par le même compteur sur 10% des filtres comptés (les lames sont réidentifiées par une personne autre que le compteur). Utiliser le test suivant pour déterminer si une paire de numérations par le même compteur sur un même filtre devrait être rejetée à cause de biais possible: rejeter l'échantillon si la différence entre deux numérations excède $2,77(X)S_r$, où X = la moyenne des deux numérations et S_r = la déviation standard relative (ou le coefficient de variation) intra-compteur (de l'étape 4.2.2 ou de l'annexe 2).

Note: Si une paire de résultats est rejetée par ce test, recompter les échantillons de cette série et vérifier les nouveaux résultats par rapport aux premiers résultats. Éliminer toutes les numérations pairées rejetées. Il n'est pas nécessaire d'utiliser ces statistiques avec les blancs.

- c) Inscrire chaque nouveau compteur à un cours d'entraînement qui compare la performance des compteurs sur une diversité d'échantillons utilisant cette procédure.

4.2.3 Programme de contrôle de qualité interlaboratoire.

Tous les laboratoires impliqués dans la numération de fibres devraient participer à un programme de contrôle de qualité tel que celui de AIHA-NIOSH (PAT) et échanger de façon régulière des échantillons prélevés en milieu de travail avec d'autres laboratoires pour comparer la performance de ses compteurs.

Le contrôle de qualité interlaboratoire peut servir à évaluer à quel point le compte sur un seul échantillon par un laboratoire correspond au compte moyen d'un grand nombre de laboratoires. La discussion à l'annexe 2 indique comment cette estimation peut être réalisée sur la base de mesure de variabilité interlaboratoire aussi bien qu'en démontrant comment les résultats de cette méthode sont reliés à la précision théorique possible de la numération et aux coefficients de variation interlaboratoires et intra-laboratoires mesurés.

5. Matériel

5.1 Échantillonnage: (voir annexe 1 pour les détails d'échantillonnage)

- Cassette conductrice de 25 mm en trois morceaux avec une extension de 50 mm, un filtre d'esters de cellulose mélangés dont la taille des pores est de 0,8 à 1,2 microns et un support de cellulose.

Note: L'utilisation d'une extension électriquement conductrice diminue les effets électrostatiques. Mettre à la terre l'extension durant l'échantillonnage lorsque possible.

- Pompe personnelle d'échantillonnage appropriée (2).
- Fil de grosseur 22, à brins multiples.

5.2 Matériel de laboratoire

- Microscope à contraste de phase positif, avec un filtre vert ou bleu, un oculaire de 8X à 10X et un objectif de phase de 40X à 45X (grossissement total d'environ 400 fois); ouverture numérique de 0,65 à 0,75.
- Lames en verre avec bout givré, pré-nettoyées de 25 mm X 75 mm.

- Lamelles de 22 mm X 22 mm, No. 1-1/2, à moins d'indication contraire du manufacturier du microscope.
- Laque ou poli à ongles.
- Couteau avec lame incurvée en acier chirurgical no. 10.
- Pincettes
- Bloc d'aluminium chauffant pour clarifier les filtres sur les lames en verre ou équivalence (6).
- Micropipettes de 5, 100 et 500 microlitres.
- Réticule Walton-Beckett, type G-22, avec un diamètre de champ circulaire de 100 micromètres (surface - 0,00785 mm²) au plan de l'échantillon.

Note: Le réticule est spécifique à chaque microscope. Spécifier le diamètre du disque requis pour ajuster exactement à l'oculaire du microscope et le diamètre (mm) de la surface de comptage circulaire (voir Annexe 3).

- Lame de contraste de phase HSE/NPL, Mark II.
- Télescope pour le centrage de l'anneau de phase circulaire.
- Micromètre de platine avec divisions de 0,01 mm.

6. Réactifs

6.1 Acétone

PRÉCAUTIONS SPÉCIALES:

L'acétone est extrêmement inflammable. Prendre les précautions pour ne pas enflammer. Le chauffage de l'acétone dans des volumes supérieurs à 1 mL doit être fait dans une hotte bien ventilée en utilisant une source de chaleur sans flamme ni étincelle.

6.2 Triacétine (triacétate de glycérol), grade "Reagent".

7. Protocole analytique

7.1 Préparation de l'échantillon

7.1.1 S'assurer que les lames et les lamelles de verre soient dépourvues de poussières et de fibres.

7.1.2 Ajuster la température du bloc chauffant à environ 70°C (6).

Note 1: Si le bloc chauffant n'est pas utilisé dans une hotte, il doit reposer sur une plaque de céramique et être isolé de toute surface susceptible de dommage thermique.

Note 2: D'autres techniques de montage peuvent aussi être utilisées (par exemple, la procédure pour générer de l'acétone sous forme vapeur sous une hotte de laboratoire comme décrit dans la méthode NIOSH 7400 , révision du 15 mai 1985).

7.1.3 Monter une partie du filtre de l'échantillon sur une lame de verre propre.

7.1.3.1 Couper des pointes représentant environ 25% de la surface du filtre avec le scalpel à lame incurvée en utilisant un mouvement de balancement pour éviter de déchirer. Placer la pointe, poussières vers le haut sur la lame.

Note: L'électricité statique fait normalement adhérer la pointe sur la lame.

7.1.3.2 Insérer la lame avec l'échantillon dans l'ouverture à la base du bloc chauffant. Placer le bout d'une micropipette contenant environ 250 μL d'acétone dans l'entrée du bouchon au sommet du bloc chauffant. Injecter l'acétone dans la chambre de vaporisation avec une pression légère et régulière sur le piston tout en tenant fermement la pipette en place. Après clarification du filtre (3 à 5 secondes), enlever la pipette et la lame.

ATTENTION: Même si le volume d'acétone utilisé est petit, utiliser les mesures normales de sécurité. Travailler dans un endroit bien ventilé (par exemple une hotte de laboratoire). Prendre soin de ne pas enflammer l'acétone. L'usage fréquent et continu de cet instrument dans un endroit non ventilé peut produire des concentrations explosives de vapeur d'acétone.

7.1.3.3 Utilisant une micropipette de 5 μL , placer immédiatement de 3 à 3,5 μL de triacétine sur la pointe. Déposer délicatement une lamelle propre sur la pointe avec un léger angle afin de prévenir la formation de bulles d'air.

Note: Si de nombreuses bulles d'air se forment ou si la quantité de triacétine est insuffisante, la lamelle peut se détacher en quelques heures. Si des excès de triacétine restent sur le côté du filtre sous la lamelle, une migration de fibres peut se produire.

7.1.3.4 Coller les côtés de la lamelle sur la lame en utilisant une laque ou du poli à ongles (7) lorsque la clarification du filtre est complétée.

Note 1: Si la clarification est lente, chauffer la lame sur une plaque chauffante (température de surface 50°C) jusqu'à 15 minutes. Chauffer avec soin en évitant la formation de bulles de gaz.

Note 2 : La numération peut commencer immédiatement après que la clarification et le montage soient complétés.

7.2 Comptage des fibres

7.2.1 Placer la lame sur la platine du microscope et amener le centre du filtre sous l'objectif. Faire la mise au point sur le plan du filtre. Ajuster le microscope selon l'étape 8.1 (3).

Débuter la numération à partir de la pointe du filtre et progresser vers le côté extérieur. S'assurer comme minimum que chaque analyse couvre une ligne radiale du centre du filtre vers le côté extérieur du filtre.

La sélection des champs est effectuée aléatoirement sans regarder dans l'oculaire pendant le déplacement de la platine mécanique.

7.2.2 Règles de numération

- 1) Compter pour une fibre, toute fibre rencontrant les deux critères de numération suivants et qui reposent entièrement dans le champ observé:
 - a) Ne compter que les fibres dont le diamètre est inférieur à 3 μm et plus longues que 5 μm . Mesurer les fibres incurvées en tenant compte de leur courbure, pour en estimer la longueur totale.
 - b) Ne compter que les fibres ayant un rapport longueur-diamètre plus grand que trois ($L/D > 3:1$).
- 2) Compter les agglomérats de fibres (bûchettes) comme une fibre à moins que des fibres individuelles ne puissent être identifiées par l'observation des deux bouts de la fibre.
- 3) Dans le cas où les fibres rencontrant les règles 1 et 2 interceptent le réticule:
 - a) Compter pour une demi-fibre (0,5), toute fibre dont une extrémité seulement repose dans le champ.
 - b) Ne pas compter les fibres croisant plus d'une fois les limites du réticule.
- 4) Ne pas compter toute autre fibre.
- 5) Compter suffisamment de champs de réticule pour obtenir 100 fibres. Compter un minimum de 20 champs même si plus de 100 fibres sont dénombrées. Arrêter le comptage à 100 champs même si 100 fibres n'ont pas été dénombrées.

7.2.3 Lorsqu'un agglomérat couvre 1/6 ou plus du champ du réticule, rejeter le champ et en sélectionner un autre. Ne pas tenir compte des champs rejetés dans le compte total.

7.2.4 Lors du comptage de chaque champ, balayer continuellement un intervalle de plans focaux à l'aide de l'ajustement fin de la vis micrométrique. Ceci permet de détecter des fibres très fines qui auraient pénétré la membrane du filtre. Les fibres de faible diamètre donnent une image très pâle et représentent une contribution très importante à la numération totale. Un temps de comptage d'au moins 15 secondes par champ est approprié pour un comptage précis.

Note: Cette méthode ne permet pas une différenciation des fibres basée sur la morphologie. Même si des compteurs expérimentés sont capables de compter sélectivement différents types de fibres, il n'y a pas actuellement de méthode acceptée qui assure l'uniformité du jugement entre les laboratoires. Il est alors obligatoire de la part de tous les laboratoires utilisant cette méthode de rapporter le nombre total de fibres comptées. Si une contamination sérieuse par des fibres autres que l'amiante se produit dans les échantillons, d'autres techniques telle la microscopie électronique à transmission et la microscopie à lumière polarisée doivent être utilisées pour identifier la fraction de fibres d'amiante présente dans l'échantillon (voir méthodes NIOSH 7402 & 7403) (8,9).

8. Calibration

8.1 Ajustement du microscope

Suivre les instructions du fabricant. Au moins une fois par jour, utiliser le télescope oculaire fourni par le fabricant pour s'assurer que les anneaux de phases (le diaphragme annulaire et les éléments de déplacement de phase) sont concentriques. Pour chaque microscope, garder un cahier afin d'y enregistrer les dates de nettoyage du microscope, des ajustements et des calibrations.

8.1.1 Chaque fois qu'un échantillon est examiné, suivre les étapes suivantes:

8.1.1.1 Ajuster la source lumineuse pour une illumination uniforme au champ de vision de l'iris du condenseur. Avec certains microscopes, l'illumination doit être réglée avec un système d'optique de champ lumineux plutôt qu'un système optique de contraste de phase.

Note: Utiliser l'illumination Kohler si disponible.

8.1.1.2 Focaliser sur le matériel particulaire devant être examiné.

8.1.1.3 S'assurer que l'iris est focalisé, centré sur l'échantillon et juste assez ouvert pour illuminer complètement le champ de vision.

8.1.2 Vérifier périodiquement la limite de détection du microscope pour chaque combinaison analyste-microscope.

8.1.2.1 Centrer la lame de contraste de phase HSE/NPL sous l'objectif.

8.1.2.2 Focaliser la série de lignes gravées dans la surface du réticule.

Note: La lame contient sept séries de gravures (environ 20 gravures par série) dans des ordres décroissants de visibilité. Pour la numération des fibres d'amiante, l'optique du microscope doit résoudre complètement les lignes gravées de la série 3 même si elles peuvent paraître pâles et les lignes gravées des séries 6 et 7 doivent être invisibles lorsqu'observées au centre de la surface du réticule. Les séries 4 et 5 doivent être partiellement observées et peuvent varier sensiblement de visibilité d'un microscope à l'autre. Le microscope qui ne peut rencontrer ces critères a une résolution trop haute ou trop basse pour la numération des fibres.

8.1.2.3 Si la qualité de l'image se détériore, nettoyer l'optique du microscope. Si le problème persiste, consulter le fabricant.

8.2 Étalonnage du réticule Walton-Beckett

En utilisant un micromètre divisé en centièmes de millimètre, vérifier régulièrement le diamètre du réticule, et s'assurer que le diamètre demeure dans un domaine acceptable de $100 \mu\text{m} \pm 2 \mu\text{m}$. La surface correspondante est de $0,00785 \text{ mm}^2 \pm 0,000032 \text{ mm}^2$. Pour l'achat d'un réticule, se référer à l'annexe 3.

9. Calculs

9.1 Densité de fibres

Calculer la densité de fibres sur le filtre, en divisant le compte total de fibres par champ (N/n), moins le compte moyen des témoins par champ (N_t/n_t), par la surface du réticule A ($0,00785 \text{ mm}^2$ pour un réticule Walton-Beckett calibré correctement):

$$E = \frac{\frac{N}{n} - \frac{N_t}{n_t}}{A}$$

où E = densité de fibres (fibres/mm²)
 N = nombre total de fibres comptées pour l'échantillon
 n = nombre de champs observés pour l'échantillon
 N_t = nombre moyen de fibres sur le filtre témoin
 n_t = nombre de champs observés pour le filtre témoin
 A = surface du réticule

Note: Les comptes supérieurs à 1300 fibres par mm² et les comptes de fibres d'échantillons dont plus de 50% de la surface du filtre couverte de particules devraient être rapportés comme "non comptables" ou "probablement biaisés".

9.2 Concentration

Calculer la concentration de fibres dans le volume d'air échantillonné, en utilisant la surface effective de filtration, (385 mm² pour un filtre de 25 mm):

$$C = \frac{(E)(a)}{(d)(t)(1000)}$$

où C = concentration (fibres/cm³)
E = densité de fibres (fibres/mm²)
a = surface effective de filtration (mm²)
d = débit (L/min)
t = durée du prélèvement (min)

Note : Vérifier périodiquement que la valeur ne change pas.

9.3 Expression des résultats

Rapporter les coefficients de variation Sr (de l'étape 4.2.2) intra-laboratoires et interlaboratoires avec chaque série de résultats.

Note: La précision dépend du nombre total de fibres comptées (4,10). La déviation standard relative (aussi appelée coefficient de variation) est documentée pour des comptes jusqu'à 100 fibres dans 100 champs réticulaires (4,10, 11, 12). La comparabilité des résultats interlaboratoires est discutée à l'annexe 2. Comme première approximation, utiliser 213% au-dessus et 49% au-dessous du compte comme limite de confiance supérieure et inférieure pour des comptes de fibres plus grands que 20 (figure 1 de l'annexe 2).

10. RÉFÉRENCES

1. GOUVERNEMENT DU QUÉBEC. Règlement sur la qualité du milieu du travail. Chap. S-2.1, 15, Québec, Éditeur officiel, septembre 1994.
2. INSTITUT DE RECHERCHE EN SANTÉ ET EN SÉCURITÉ DU TRAVAIL DU QUÉBEC, Direction des Laboratoires. "Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail", Montréal, 1994.
3. Rooker S.J., Vaughn N.P. and LeGuen J.M. "On the Visibility of Fibers by Phase Contrast Microscopy", Am. Ind. Hyg. Ass. J., 43, 505-515, 1982.
4. NATIONAL INSTITUTE FOR OCCUPATIONAL SAFETY AND HEALTH, "Fibers", dans NIOSH Manual of Analytical Methods, 3e éd., vol. 1, Méthode 7400, Cincinnati, 1987.
5. Perrault G., Leclaire G., Dufresne A. "Comparaison de la numération de fibres d'amiante selon la méthode 47-1 et la méthode NIOSH 7400", Etude/Bilan de connaissances, IRSST, Montréal, 1988.
6. Baron P.A. and Pickford G.C. "An Asbestos Sample Filter Clearing Procedure", Appl. Ind. Hyg., 1, 169-171, 199, 1986.
7. ASBESTOS INTERNATIONAL ASSOCIATION, "Airborne Asbestos Fiber Concentrations at Workplaces by Light Microscopy", (Membrane Filter Method), AIA Health and Safety Recommended Technical Method #1 (RTM1), London, 1979.
8. NATIONAL INSTITUTE FOR OCCUPATIONAL SAFETY AND HEALTH, "Asbestos Fiber", dans NIOSH Manual of Analytical Methods, 3e éd., vol. 1, Méthode 7402, Cincinnati, 1987.
9. NATIONAL INSTITUTE FOR OCCUPATIONAL SAFETY AND HEALTH, "Asbestos Bulk" (Draft), Méthode 7403, Août 1987.
10. Ogden, T.L. "The Reproducibility of Fiber Counts", Health and Safety Executive Research Paper 18, 1982.
11. Schlecht P.C. and Shulman S.A. "Performance of Asbestos Fiber Counting Laboratories in the NIOSH Proficiency Analytical Testing (PAT) Program", Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 47, 259-266, 1986.
12. "A Study of the Empirical Precision of Airborne Asbestos Concentration Measurements in the Workplace by the Membrane Filter Method", Asbestos Information Association, Air Monitoring Committee Report, Arlington, VA, June, 1983.

13. Johnston A.M., Jones A.D. and Vincent J.H. "The Influence of External Aerodynamic Factors on the Measurement of the Airborne Concentration of Asbestos Fibers by the Membrane Filter Method, Ann. Occup. Hyg., 25, 309-316, 1982.
14. Crawford N.P., Thorpe H.L. and Alexander W. "A Comparison of the Effects of Different Counting Rules and Aspect Ratios on the Level and Reproducibility of Asbestos Fiber Counts", Part I: Effects on Level (Report No. 7 M /82/23), Part II: Effects on Reproducibility (Report No. 7M/82/24), Institute of Occupational Medicine, Edinburgh, Scotland, December, 1982.
15. Baron P.A. and Shulman S.A. "Evaluation of the Magiscan Image Analyzer for Asbestos Fiber Counting", Am. Ind. Hyg. Ass. J., 48, 39-46, (1987).

ANNEXE 1

ÉCHANTILLONNAGE

1. Ajuster le débit de chaque pompe personnelle avec un instrument adéquat (2).
2. Pour l'échantillonnage personnel fixer l'échantillonneur sur le travailleur près de sa zone respiratoire. Enlever le couvercle de l'extension et orienter la face ouverte vers le bas. Installer un ruban scellant entre l'extension et la cassette pour éviter les fuites d'air

Note: Si possible mettre la cassette à la terre pour éliminer toute charge de surface, en utilisant l'extension conductrice et une pièce de métal non électrique tels un tuyau d'eau froide ou une poutre d'acier

3. Soumettre pour chaque série d'échantillons au moins deux blancs ou 10 % du total des échantillons, selon le plus grand.
4. Échantillonner à 0,5 L/min ou plus (13). Ajuster le débit d'échantillonnage, d , (L/min)) et le temps, t , (min), de façon à obtenir une densité de fibres, E , de 100 à 1300 fibres/mm² sur un filtre de 25 mm (surface effective de collection de 385 mm²) pour obtenir une précision optimale.

$$t = \frac{(a)(E)}{(d)(C)1000}$$

Note: Le but de l'ajustement des temps d'échantillonnage est d'obtenir une densité de fibres optimale sur le filtre. Un débit d'échantillonnage de 1 à 4 L/min sur une période de huit heures est adéquat dans des atmosphères non poussiéreuses contenant par exemple 0,1 fibre par mL. Les atmosphères poussiéreuses nécessitent des volumes d'échantillonnage inférieurs (plus petit ou égal à 400 L) pour l'obtention d'échantillons comptables.

Dans de tels cas, prendre des échantillons consécutifs de courtes durées. Déterminer la valeur de concentration moyenne telle que décrite dans le règlement S-2.1, r.15 (1). Afin de documenter une exposition éparse, utiliser des débits élevés (7 à 16 l/min) avec des temps d'échantillonnage plus courts. Dans des atmosphères relativement propres, où la concentration des fibres est de beaucoup inférieure à 0,1 fibre/mL, utiliser des volumes d'échantillonnage plus grands (3000 à 10000L) afin d'atteindre des densités quantifiables.

Prendre soin par contre de ne pas surcharger le filtre de poussières. Si une surface du filtre plus grande ou égale à 50% est couverte de particules, le filtre peut être trop surchargé, ce qui occasionnera un biais dans la concentration des fibres mesurées.

5. À la fin de l'échantillonnage, replacer les couvercles et les bouchons.
6. Expédier les échantillons avec l'extension conductrice attachée dans un contenant rigide afin d'éviter qu'ils basculent ou s'endommagent.

Note: Ne pas utiliser de la mousse de polystyrène non traitée comme contenant d'expédition puisque les forces électrostatiques peuvent occasionner des pertes de fibres à la surface du filtre

ANNEXE 2

COMPARAISON INTERLABORATOIRE

Théoriquement, le processus de numération de fibres distribuées au hasard (Poisson) sur la surface du filtre va donner un Sr qui dépend du nombre, N , de fibres comptées:

$$Sr = \frac{1}{N^{1/2}}$$

Ainsi Sr est 0,1 pour 100 fibres et 0,32 pour 10 fibres comptées. Le Sr actuel trouvé dans plusieurs études est plus grand que ces valeurs théoriques (10,11,12,14).

Une composante additionnelle de la variabilité provient de différences subjectives entre les laboratoires.

Dans une étude impliquant dix compteurs dans un programme d'échange continu d'échantillons, Ogden (10) a trouvé que cette composante subjective intra-laboratoire est approximativement 0,2 et il a estimé le Sr total par l'expression:

$$Sr = \frac{[N + (0,2 \times N)^2]^{1/2}}{N}$$

Ogden a trouvé que pour un intervalle de confiance de 90% les comptes intra-laboratoires individuels en relation à la moyenne étaient $+2 Sr$ et $-1.5 Sr$. Dans ce programme, un échantillon sur dix était un échantillon de contrôle de qualité. Dans le cas de laboratoires qui ne sont pas engagés dans un programme intensif d'assurance qualité, la composante subjective de la variabilité peut être plus grande.

Dans une étude sur des résultats de terrain dans 46 laboratoires, l'Asbestos Information Association (AIA) (12) a aussi observé que la variabilité a une composante qui dépend du nombre des fibres. Ces résultats ont donné une composante interlaboratoire subjective du coefficient de variation pour les échantillons de terrain d'environ 0,45 (sur la même base que Ogden). Une valeur semblable a été obtenue pour 12 laboratoires analysant une série de 24 échantillons (15). Cette valeur est légèrement supérieure au domaine de Sr (0,25 à 0,42 pour 1984-85) trouvé pour 80 laboratoires de référence dans le programme PAT de NIOSH pour des échantillons générés en laboratoire (11).

Plusieurs facteurs influencent la valeur de Sr pour un laboratoire donné, telle la performance actuelle de numération d'un laboratoire et le type d'échantillons à être analysés. En absence d'autres informations, tels des programmes d'assurance qualité interlaboratoires utilisant des échantillons de terrain, la valeur subjective de la variabilité utilisée est de 0,45. À noter que, même basée sur deux études, il s'agit d'un choix quelque peu arbitraire. On espère que par l'utilisation de cette valeur en

absence d'information additionnelle, les laboratoires vont réaliser les programmes recommandés d'assurance qualité inter-laboratoire pour accroître leur performance et diminuer leur Sr.

Les déviations relatives standard (Sr) définies ci-dessus s'appliquent lorsque la moyenne de la population a été déterminée. Il est plus approprié par contre pour les laboratoires d'estimer un intervalle de confiance de 90% sur le compte moyen des fibres d'un seul échantillon (Figure 1), Ces courbes assument des formes similaires de distribution des comptes pour les résultats interlaboratoires et intra-laboratoires (10).

Par exemple, si un échantillon donne un compte de 24 fibres, la figure 1 indique que dans 90% des cas le compte interlaboratoire moyen tombera dans le domaine de 227% au-dessus et 52% au-dessous de cette valeur. Ces pourcentages peuvent s'appliquer directement aux concentrations dans l'air. Si par exemple, cet échantillon (24 fibres comptés) représente un volume de 500 litres, donc la concentration mesurée est de 0,02 fibre/mL (en considérant 100 champs comptés, un filtre de 25 mm et une surface de numération du champs de 0,00785 mm²). Si ce même échantillon était compté par un groupe de laboratoires, il y a probabilité de 90% que la moyenne se situerait de 0,01 à 0,08 fibre/mL. Ces limites devraient être rapportées dans toute comparaison de résultats entre laboratoires.

À noter que le Sr de 0,45 utilisé pour calculer la figure 1, est considéré comme une estimation pour un groupe de laboratoires choisis au hasard. Si plusieurs laboratoires regroupés dans un groupe d'assurance qualité peuvent démontrer que leur Sr interlaboratoire est plus petit, il devient alors plus juste d'utiliser le Sr le plus petit. Il a été trouvé que le Sr peut être supérieur pour certains types d'échantillons, tel l'amiante ciment [14].

On peut voir à partir de la figure 1, que la composante de Poisson de la variabilité n'est pas très importante à moins que le nombre de fibres comptées ne soit petit. En conséquence, une approximation acceptable consiste à utiliser simplement +213% et -49% comme limites pour un compte de 100 fibres.

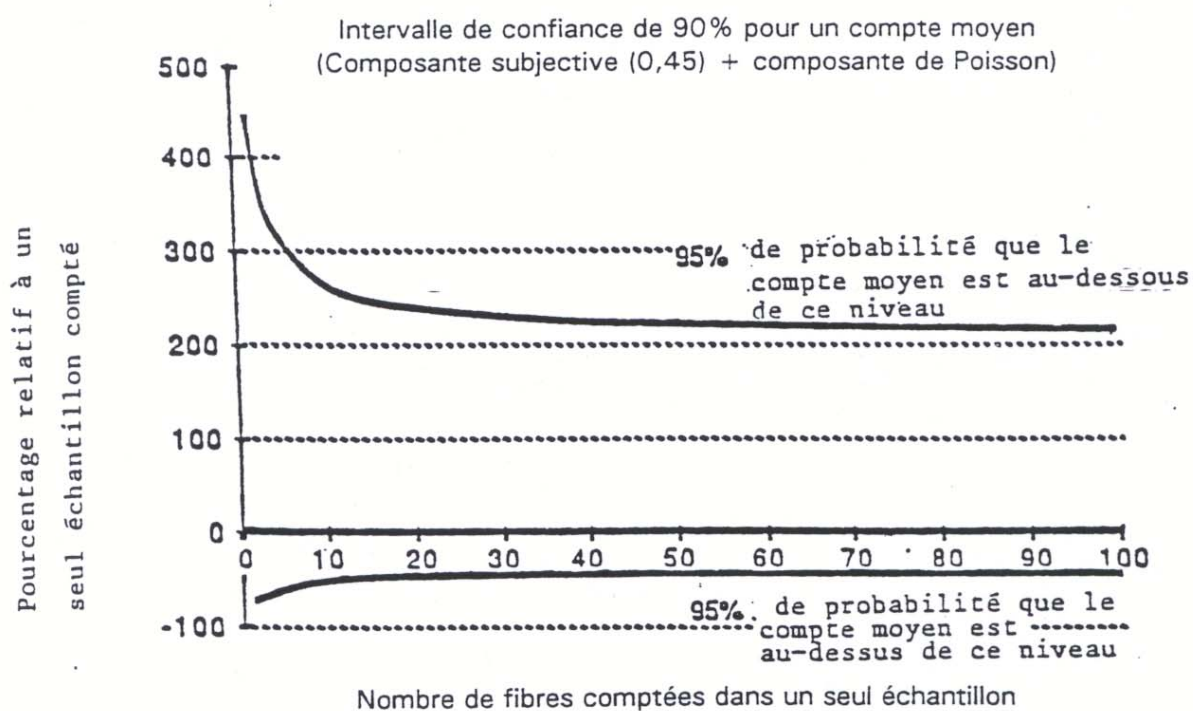


Figure 1. Précision interlaboratoire des comptes des fibres

ANNEXE 3

ÉTALONNAGE DU RÉTICULE WALTON-BECKETT

Avant de commander un réticule de Walton-Beckett, la calibration suivante doit être faite afin d'obtenir une surface de comptage (D) de 100 µm de diamètre au plan de l'image. Le diamètre d_c (mm) de la surface de numération circulaire et le diamètre du disque doivent être spécifiés lors de la commande du réticule.

- 1) Insérer tout réticule disponible dans l'oculaire et focaliser de sorte que les lignes du réticule soient nettes et claires.
- 2) Ajuster la distance interpupillaire appropriée et, s'il y a lieu, refaire l'ajustement de la tête du binoculaire de sorte que l'agrandissement demeure constant.
- 3) Installer l'objectif de phase de 40X à 45X.
- 4) Placer un micromètre sur le porte-objet du microscope et focaliser le microscope sur les lignes graduées.
- 5) Mesurer la longueur de la grille magnifiée du réticule, L_o (µm), utilisant le micromètre de la platine.
- 6) Enlever le réticule du microscope, et mesurer sa longueur de grille réelle, L_a (mm). Ceci peut être mieux réalisé en utilisant une platine équipée de verniers.

$$d_c = \frac{L_a D}{L_o}$$

- 7) Calculer le diamètre du cercle, d_c (mm), pour le réticule Walton-Beckett:
Exemple: Si $L_o = 112$ µm, $L_a = 4,5$ mm et $D = 100$ µm, alors $d_c = 4,02$ mm.

Vérifier le diamètre du champ, D (domaine acceptable de 100 µm ± 2 µm) avec le micromètre à la réception du réticule du manufacturier. Déterminer la surface du champ (domaine acceptable de 0,00785 mm² ± 0,000032 mm²)

ANNEXE 4

EXEMPLES DES RÈGLES DE NUMÉRATION

La Figure 2 montre un réticule de Walton-beckett comme on le voit à travers du microscope. Même si le réticule incorpore l'aspect du rapport 3:1, les règles de numération seront discutées puisqu'elles s'appliquent aux fibres identifiées de la Figure 2.

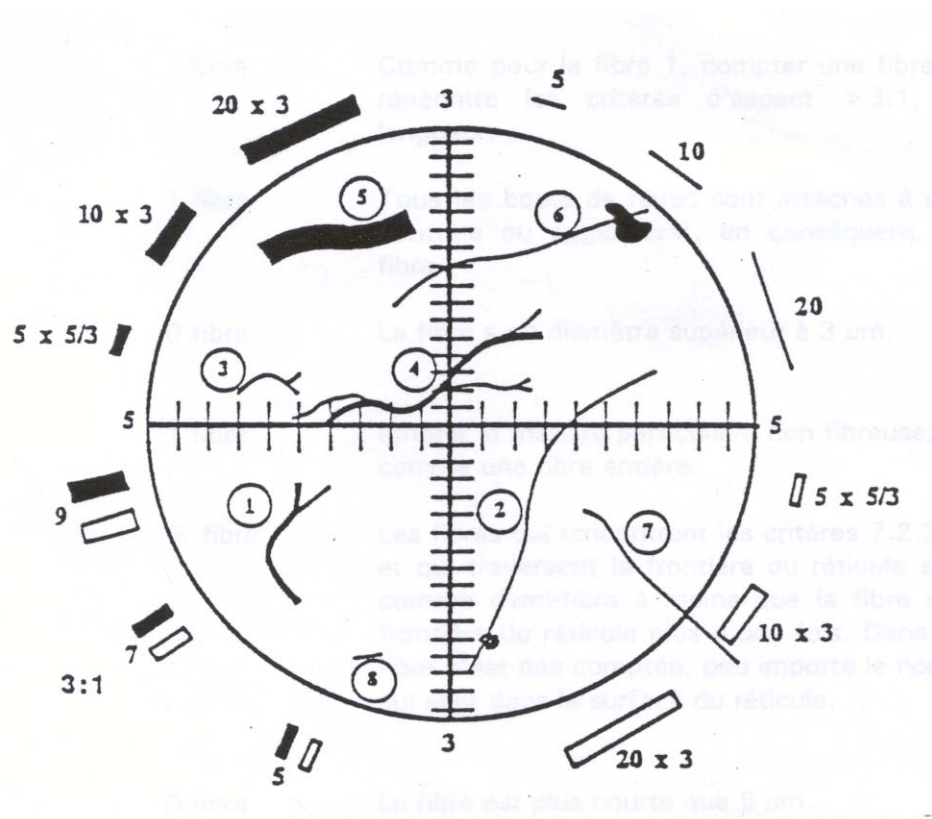


Figure 2: Réticule Walton-Beckett avec des fibres

NUMÉRATION DES FIBRES

<u>Numéro fibre</u>	<u>Compte</u>	<u>Discussion</u>
1	1 fibre	Les critères ne considèrent pas les bouts divisés; en conséquence, compter une fibre.
2	1 fibre	Fibre seule avec particule attachée. La particule est traitée comme si elle n'existait pas.
3	1 fibre	Comme pour la fibre 1, compter une fibre parce qu'elle rencontre les critères d'aspect >3:1, >5 µm de longueur.
4	1 fibre	Tous les bouts de fibres sont attachés à une large fibre centrale ou agglomérat, en conséquent, compter une fibre.
5	0 fibre	La fibre a un diamètre supérieur à 3 µm.
6	1 fibre	Ignorer la matière particulaire non fibreuse; compter ceci comme une fibre entière.
7	½ fibre	Les fibres qui rencontrent les critères 7.2.2.a et 7.2.2.b et qui traversent la frontière du réticule sont comptées comme demi-fibre à moins que la fibre ne traverse la frontière du réticule plus d'une fois. Dans un tel cas, la fibre n'est pas comptée, peu importe le nombre de bouts qui sont dans la surface du réticule.
8	0 fibre	La fibre est plus courte que 5 µm.