

Méthode analytique

Numération de fibres

Responsable technique de la méthode

Maria Lendar, Ph. D., chimiste

Personne ayant contribué à la présente version de cette méthode

Catheline Pelletier, technicienne de laboratoire

MÉTHODES DE
LABORATOIRES

MA-243



Avis de non-responsabilité

L'IRSST ne donne aucune garantie relative à l'exactitude, la fiabilité ou le caractère exhaustif de l'information contenue dans ce document. En aucun cas l'IRSST ne saurait être tenu responsable pour tout dommage corporel, moral ou matériel résultant de l'utilisation de cette information. Notez que les contenus des documents sont protégés par les législations canadiennes applicables en matière de propriété intellectuelle. Les méthodes d'analyses ou d'étalonnage sont celles mises au point ou retenues par l'IRSST pour l'exécution de ses différents mandats. Elles peuvent requérir l'utilisation de matériels, d'opérations ou d'équipements dangereux. Ces méthodes n'ont pas pour but de mentionner tous les problèmes de sécurité associés avec leur utilisation. C'est la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de santé et de sécurité appropriées. L'utilisation des données incluses dans ces méthodes se fera aux seuls risques de l'utilisateur : l'IRSST se dégage de toute responsabilité relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de telle utilisation et de telle application. Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication.

Cette publication est disponible en version PDF sur le site Web de l'IRSST.

Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2022
ISBN : 978-2-89797-243-1

SUIVI DES MODIFICATIONS

PAGE	NATURE DE LA MODIFICATION
Toutes	Le numéro de la méthode n'inclut plus son numéro de version. Ainsi, le numéro passe de 243-1 à 243.
2	Changement dans la définition d'une « fibre d'amiante respirable ». Cette définition consiste en la suppression (exclusion) du critère sur le diamètre des fibres devant être inférieur à 3 µm. Selon le Décret 644-2022 publié dans la Gazette officielle du Québec le 13 avril 2022, ce changement à l'annexe I du <i>Règlement sur la santé et la sécurité du travail du Québec</i> (RSST, RLRQ, c. S-2.1, r. 13) entre en vigueur le 28 octobre 2022.
Toutes	Quelques corrections et reformulations

SUBSTANCES	CAS	NORMES ¹ (VEMP ²)
Amiante – Toutes les formes	[1332-21-4]	0,1 fibre/cm ³
Actinolite	[12172-67-7]	0,1 fibre/cm ³
Amosite	[12172-73-5]	0,1 fibre/cm ³
Anthophyllite	[77536-67-5]	0,1 fibre/cm ³
Chrysotile	[12001-29-5]	0,1 fibre/cm ³
Crocidolite	[12001-28-4]	0,1 fibre/cm ³
Trémolite	[14567-73-8]	0,1 fibre/cm ³

¹ Règlement sur la santé et la sécurité du travail

² VEMP (Valeur d'exposition moyenne pondérée)

I. PRINCIPE

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 (Drolet et Beauchamp, 2012) et dans cette méthode (annexe 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.
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.
4. Selon l'article 1 du *Règlement sur la santé et la sécurité du travail*, la définition de « fibre respirable d'amiante » est : toute fibre d'amiante dont le rapport longueur-diamètre est supérieur à 3:1; seules les fibres d'une longueur supérieure à 5 µm doivent être prises à des fins de mesure;

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

5. Cette méthode de comptage s'applique aussi à la numération des fibres autres que l'amiante 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.)

II. APPLICABILITÉ

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.

III. LIMITATIONS ET INTERFÉRENCES

1. Sensibilité

Les fibres dont le diamètre est inférieur à 0,25 µm ne sont pas détectées par la méthode (Rooker *et al.*, 1982). 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.

2. Interférences

Toute autre fibre aéroportée peut interférer si elle possède les critères géométriques de numération décrits à la section I.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.

IV. PRÉCISION ET EXACTITUDE

1. Coefficient de variation

Un coefficient de variation reste à déterminer avec des échantillons prélevés en milieux de travail.

2. Contrôle de qualité

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 d'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 VII.1 de ce document et compter selon les critères mentionnés à la section VII.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 en contrôler une quatrième; le rejet entraîne le refus du lot.

b. Blancs de terrain

Préparer et compter les blancs de terrain (voir annexe 1) avec les échantillons. 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.

2.2 Programme de contrôle de qualité intralaboratoire des compteurs de fibres

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

- 1) Maintenir, dans le cadre du programme d'assurance qualité du laboratoire, une série de lames de référence à utiliser sur une base journalière. Ces lames sont préparées avec des filtres 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 technique doit garder des lames de référence et en fournir au moins une par journée de travail à chaque compteur. Les étiquettes devraient être changées périodiquement afin que les compteurs ne se familiarisent pas avec les échantillons.

- 2) À partir de comptages répétés à l'aveugle sur des lames de référence, estimer les coefficients de variation, S_r , intralaboratoire et intercompteur. Déterminer différentes valeurs de coefficients de variation pour chaque matrice d'échantillons analysés dans chacun des domaines suivants : 5 à 20 fibres dans 100 champs de réticule, 21 à 50 fibres dans 100 champs de réticule et 51 à 100 fibres dans 100 champs. 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 calcul suivant afin de déterminer si une paire de numérations par le même compteur sur un même filtre devrait être rejetée à cause de biais possibles : 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) intracompteur.

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

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

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 PAT Programs 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 intralaboratoires mesurés.

V. RÉACTIFS

- Acétone
L'acétone étant hautement inflammable, il faut le conserver à l'écart de toute source de chaleur et d'ignition.
Le chauffage de l'acétone à des volumes supérieurs à 1 mL doit être fait dans une hotte bien ventilée en veillant à utiliser une source de chaleur sans flamme ni étincelle.
- Triacétine (triacétate de glycérol), grade "Reagent".

VI. APPAREILLAGE ET MATÉRIEL

- 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 micron et un support de cellulose Béchers de digestion de 50 mL en téflon (voir Note 1).
- Pompe personnelle d'échantillonnage appropriée (Drolet et Beauchamp, 2012).
- Fil de grosseur 22, à brins multiples.
- Microscope à contraste de phase positif, avec un filtre vert, 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'indications contraires du manufacturier du microscope.
- Laque ou vernis 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 (Baron et Pickford, 1986).
- Micropipettes de 5, 100 et 500 µL.
- Réticule Walton-Beckett, type G-22, avec un diamètre de champ circulaire de 100 micromètres (surface - 0,00785 mm²) sur le plan de l'échantillon (voir Note 2).
- Lame de contraste de phase HSE/NPL, Mark II ou Mark III.
- Télescope pour le centrage de l'anneau de phase circulaire.
- Micromètre avec divisions de 0,01 mm.

Commentaires :

Note 1 : L'utilisation d'une extension électriquement conductrice diminue les effets électrostatiques. Mettre à terre l'extension durant l'échantillonnage lorsque possible.

Note 2 : 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).

VII. PROTOCOLE ANALYTIQUE

1. Préparation d'un échantillon

Nombre d'étapes de préparation : 3

Étape 1	S'assurer que les lames et les lamelles de verre soient dépourvues de poussières et de fibres.
Étape 2	Si la température du bloc chauffant peut être changée, l'ajuster à 70 °C. Si ce n'est pas le cas, l'allumer jusqu'à ce que la température atteigne environ 70 °C (Baron et Pickford, 1986). (voir Notes 1 et 2)
Étape 3	<p>Monter une partie du filtre de l'échantillon sur une lame de verre propre.</p> <ul style="list-style-type: none"> • 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. (voir Note 3) • Insérer la lame avec l'échantillon dans l'ouverture à la base du bloc chauffant. Placer le bout d'une seringue 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 seringue en place. Après clarification du filtre (3 à 5 secondes), enlever la seringue et la lame. <p>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.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Déposer 1 à 2 gouttes de triacétine sur la pointe. Placer délicatement une lamelle propre sur la pointe avec un léger angle afin de prévenir la formation de bulles d'air. (voir Note 4) • Coller les côtés de la lamelle sur la lame en utilisant une laque ou du vernis à ongles (AIA, 1979) lorsque la clarification du filtre est complétée. (voir Notes 5 et 6)

Commentaires :

- **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 14 juin 2019).
- **Note 3** : L'électricité statique fait normalement adhérer la pointe sur la lame.
- **Note 4** : 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.
- **Note 5** : Si la clarification est lente, chauffer la lame sur une plaque chauffante (température de surface à 50 °C) jusqu'à 15 minutes. Chauffer avec soin en évitant la formation de bulles de gaz.
- **Note 6** : La numération peut commencer immédiatement après que la clarification et le montage soient complétés.

2. Comptage des fibres (Analyse de l'échantillon)

- 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 VIII.1 (Rooker *et al.*, 1982).

Débuter la numération à partir de la pointe du filtre et progresser vers le côté extérieur. S'assurer qu'au moins 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 lors du déplacement de la platine mécanique.

2.2 Règles de numération

- 1) Compter pour une fibre, toute fibre satisfaisant les deux critères de numération suivants et se trouvant entièrement dans le champ observé :
 - a) Ne compter que les fibres dont la longueur est supérieure à 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 soient 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 fibre), 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.
- 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.
- 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 telles la microscopie électronique en transmission et la microscopie à lumière polarisée doivent être utilisées pour identifier la fraction de fibres d'amiante présente dans l'échantillon (Dozer et Ashley, 2022; NIOSH 1994).

VIII. ÉTALONNAGE

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 étalonnages.

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

1.1.1 Ajuster la source lumineuse pour une illumination uniforme au champ de vision de l'iris du condenseur. (voir **Note 1**)

1.1.2 Focaliser sur le matériel particulaire devant être examiné.

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.

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

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

1.2.2 Focaliser la série de lignes gravées dans la surface du réticule. (voir **Note 2**)

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

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.

Commentaires :

Note 1 : Utiliser l'illumination Köhler si disponible.

Note 2 : 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 satisfaire ces critères a une résolution trop haute ou trop basse pour la numération des fibres.

IX. CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

1. Densité des 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 (Nt/nt), par la surface du réticule A ($0,00785 \text{ mm}^2$ pour un réticule Walton-Beckett calibré correctement) :

$$E = \frac{N/n - Nt/nt}{A}$$

Où

E = densité de fibres (**fibres/mm²**)

N = nombre total de fibres comptées pour l'échantillon

n = nombre de champs observés pour l'échantillon

Nt = nombre moyen de fibres sur le filtre témoin

nt = nombre de champs observés pour le filtre témoin

A = surface du réticule

Commentaires :

Les comptes supérieurs à 1300 fibres/mm^2 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".

2. Concentration

Calculer la concentration de fibres dans le volume d'air échantillonné, en utilisant la surface effective de filtration (385 mm^2 pour un filtre de 25 mm – voir **Note**) :

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

Où

C = concentration (fibres/cm³)

E = densité de fibres (fibres/mm²)

a = surface effective de filtration (mm²) – voir **Note**

d = débit (L/min)

t = durée du prélèvement (min)

Note : Vérifier périodiquement que la valeur ne change pas.

3. Expression des résultats

Rapporter les coefficients de variation (Sr) intralaboratoires et interlaboratoires avec chaque série de résultats.

Note : La précision dépend du nombre total de fibres comptées. La déviation standard relative (aussi appelée coefficient de variation) est documentée pour des comptes jusqu'à 100 fibres dans 100 champs réticulaires (Asbestos Information Association [AIA], 1983; Dozer et Ashley, 2022; Ogden, 1982; Schlecht et Shulman, 1986). 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).

X. RÉFÉRENCES

- Asbestos International Association. (1979). Airborne asbestos fiber concentrations at workplaces by light microscopy (Méthode n° 1). AIA.
- Asbestos Information Association. (1983). A study of the empirical precision of airborne asbestos concentration measurements in the workplace by the membrane filter method. AIA.
- Baron, P. A. et Pickford, G. C. (1986). An asbestos sample filter clearing procedure. *Applied Industrial Hygiene*, 1(4), 169-171.
- Baron, P. A. et Shulman, S. A. (1987). Evaluation of the Magiscan image analyzer for asbestos fiber counting. *American Industrial Hygiene Association Journal*, 48(1), 39-46.
- Crawford, N. P., Thorpe, H. L. et Alexander, W. (1982). 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 (Rapport n° 7M /82/23). Part II: Effects on reproducibility (Rapport n° 7M/82/24). Institute of Occupational Medicine.
- Dozer, A. et Ashley, E. (2022). Measurement and characterization of fibrous particles in workplace atmospheres. Dans National Institute for Occupational Safety and Health (édit.), *NIOSH manual of analytical methods* (5^e éd.). NIOSH.
- Drolet, D. et Beauchamp, G. (2012). *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail* (Guide technique n° T-06, 8^e éd.). IRSST.
- Johnston, A. M., Jones, A. D. et Vincent, J. H. (1982). The influence of external aerodynamic factors on the measurement of the airborne concentration of asbestos fibers by the membrane filter method. *Annals of Occupational Hygiene*, 25(3), 309-316.
- National Institute for Occupational Safety and Health. (1994). *Asbestos (bulk) by PLM* (Méthode n° 9002). NIOSH.
- National Institute for Occupational Safety and Health. (2019). *ASBESTOS and OTHER FIBERS by PCM*. NIOSH.
- Ogden, T. L. (1982). *The reproducibility of fiber counts* (Rapport n° 18). HSE.
- Règlement sur la qualité du milieu du travail*, c. S-2.1, r. 11.
- Règlement sur la santé et la sécurité du travail*, RSST, c. S-2.1, r. 13.
- Rooker, S. J., Vaughn, N. P. et LeGuen, J. M. (1982). On the visibility of fibers by phase contrast microscopy. *American Industrial Hygiene Association Journal*, 43(7), 505-515.
- Schlecht, P. C. et Shulman, S. A. (1986). Performance of asbestos fiber counting laboratories in the NIOSH Proficiency Analytical Testing (PAT) program. *American Industrial Hygiene Association Journal*, 47(5), 259-266.

ANNEXE 1

ÉCHANTILLONNAGE

1. Ajuster le débit de chaque pompe personnelle avec un instrument adéquat (Drolet et Beauchamp, 2012).
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 : Dans la mesure du possible, la mise à la terre de la cassette lors de l'échantillonnage est fortement recommandée; utiliser une pièce de métal non électrique (comme 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 (Johnston *et al.*, 1982). 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/mL. Les atmosphères poussiéreuses nécessitent par ailleurs des volumes d'échantillonnage inférieurs (plus petits ou égaux 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 sur la qualité du milieu de travail* (RLRQ, c. S-2.1, r.11). 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 inférieure à 0,1 fibre/mL, utiliser des volumes d'échantillonnage plus grands (3000 à 10000 L) afin d'atteindre des densités quantifiables.

Prendre soin par contre de ne pas surcharger le filtre de poussières. Si 50 % ou plus de la surface est couverte de particules, le filtre peut être surchargé, et ainsi la concentration des fibres mesurées serait biaisée.

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 coefficient de variation Sr qui dépendra 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.

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 (1982) a trouvé que cette composante subjective intralaboratoire est approximativement 0,2 et a ainsi estimé le Sr total par l'expression :

$$Sr = \frac{\sqrt{N+(0.2*N)^2}}{N}$$

Ogden a trouvé que pour un intervalle de confiance de 90 %, les comptes intralaboratoires individuels par rapport aux moyennes étaient +2 Sr et -1,5 Sr . Dans ce programme, un échantillon sur dix était un échantillon de contrôle de qualité. Pour les laboratoires qui ne participent pas à un programme d'assurance qualité, la composante subjective de la variabilité peut être plus élevée.

Dans une étude des résultats d'échantillons de terrain dans 46 laboratoires, l'AIA a constaté que la variabilité avait à la fois une composante constante et une composante qui dépend du nombre des fibres (1983). 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 (Baron et Shulman, 1987). Cette valeur est légèrement supérieure au domaine de Sr (0,25 à 0,42 pour 1984-85) trouvée pour 80 laboratoires de référence dans le programme PAT de NIOSH pour des échantillons générés en laboratoire (Schlecht et Shulman, 1986).

Plusieurs facteurs influencent la valeur de Sr pour un laboratoire donné, tels sa performance actuelle de numération ainsi que le type d'échantillons 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 basé sur deux études, il s'agit d'un choix quelque peu arbitraire. On espère que par l'utilisation de cette valeur en l'absence d'information additionnelle, les laboratoires vont réaliser les programmes recommandés d'assurance qualité interlaboratoire pour accroître leur performance et diminuer ainsi 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 intralaboratoires (Ogden, 1982).

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 comptées) 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 champ de 0,00785 mm²). Si ce même échantillon était compté par un groupe de laboratoires, il y a une probabilité de 90 % que la moyenne se situe entre 0,01 et 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 plus petit Sr. On a également trouvé que le Sr peut être supérieur pour certains types d'échantillons, tel l'amiante-ciment (Crawford *et al.*, 1982).

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.

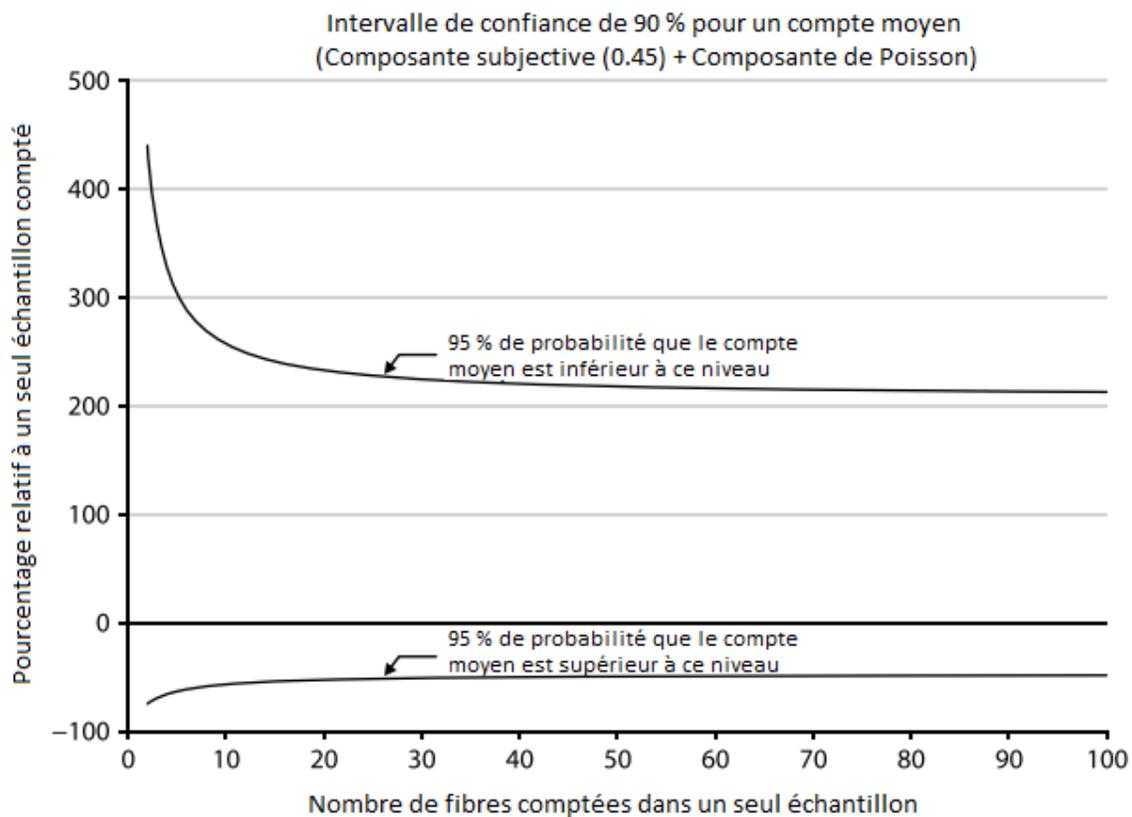


Figure 1. Précision interlaboratoire des comptes des fibres

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 sur le plan de l'image. Le diamètre dc (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, Lo (µm), utilisant le micromètre de la platine.
- 6) Enlever le réticule du microscope et mesurer sa longueur de grille réelle, La (mm). Ceci peut être mieux réalisé en utilisant une platine équipée de verniers.
- 7) Calculer le diamètre du cercle, dc (mm), pour le réticule Walton-Beckett :

$$dc = \frac{La \cdot D}{L_0}$$

Par exemple : Si Lo = 112 µm, La = 4,5 mm et D = 100 µm, alors dc = 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 fabricant. 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 au 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.

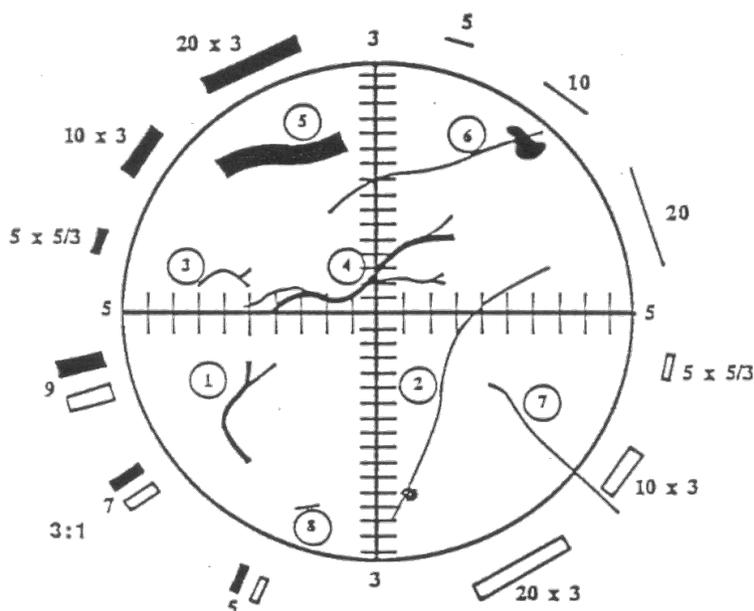


Figure 2 : Réticule Walton-Beckett avec des fibres

NUMÉRATION DES FIBRES

Numéro fibre	Compte	Discussion
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, par conséquent, compter une fibre.
5	1 fibre	Comme pour la fibre 3, compter une fibre parce qu'elle rencontre les critères d'aspect >3:1, >5 µm de longueur (elle compte même si 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 VII.2.2.a et VII.2.2.b et qui traversent la frontière du réticule sont comptées comme demi-fibre à moins que la fibre ne traverse la frontière 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.