

Méthodes de laboratoire

Caractérisation des fibres dans les
poussières déposées ou dans les matériaux
en vrac

■ MÉTHODE ANALYTIQUE 244



Règlements

Article 62 et section IX.1 du Règlement sur la santé et la sécurité du travail (RSST) et Section 3.23 du Code de sécurité pour les travaux de construction (CSTC).

Échantillonnage

3 à 10 grammes d'échantillon

Méthode analytique

Microscopie optique, stéréomicroscope et microscope à lumière polarisée (MLP) avec dispersion colorante



Solidement implanté au Québec depuis 1980, l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST) est un organisme de recherche scientifique reconnu internationalement pour la qualité de ses travaux.

NOS RECHERCHES *travaillent pour vous !*

Mission

Contribuer, par la recherche, à la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles ainsi qu'à la réadaptation des travailleurs qui en sont victimes;

Assurer la diffusion des connaissances et jouer un rôle de référence scientifique et d'expertise;

Offrir les services de laboratoires et l'expertise nécessaires à l'action du réseau public de prévention en santé et en sécurité du travail.

Doté d'un conseil d'administration paritaire où siègent en nombre égal des représentants des employeurs et des travailleurs, l'IRSST est financé par la Commission de la santé et de la sécurité du travail.

Pour en savoir plus

Visitez notre site Web ! Vous y trouverez une information complète et à jour. De plus, toutes les publications éditées par l'IRSST peuvent être téléchargées gratuitement. www.irsst.qc.ca

Pour connaître l'actualité de la recherche menée ou financée par l'IRSST, abonnez-vous gratuitement au magazine Prévention au travail, publié conjointement par l'Institut et la CSST. Abonnement : www.csst.qc.ca/AbonnementPAT

Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales du Québec
2015
ISBN : 978-2-89631-775-2 (PDF)
ISSN : 0820-8395

IRSST - Direction des communications
et de la valorisation de la recherche
505, boul. De Maisonneuve Ouest
Montréal (Québec) H3A 3C2
Téléphone : 514 288-1551
Télécopieur : 514 288-7636
publications@irsst.qc.ca
www.irsst.qc.ca

© Institut de recherche Robert-Sauvé
en santé et en sécurité du travail,
2015

IRSST – Direction des laboratoires (12^e étage)
505, boul. De Maisonneuve Ouest
Montréal (Québec) H3A 3C2
sac.labo@irsst.qc.ca

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.
SVP vous référer au document disponible sur support informatique.

No. Révision: 4 - Date de diffusion: 2015-02-26

Méthodes de laboratoire

**Caractérisation des fibres dans les
poussières déposées ou dans les matériaux
en vrac**

MÉTHODE ANALYTIQUE **244**

Avis de non-responsabilité

Les méthodes d'analyse ou d'étalonnage sont conçues ou ont été retenues par l'IRSST pour l'exécution de divers travaux dans le cadre de mandats qu'on lui confie. Elles peuvent nécessiter des opérations délicates ou requérir l'utilisation de matériels ou d'équipements dangereux. Des risques pour la santé et la sécurité des personnes peuvent être associés à leur utilisation. Ces méthodes sont fournies « telles quelles » sans aucune garantie de quelque nature que ce soit relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de leur utilisation et de leur application. Le présent avis de non-responsabilité n'entend pas contrevenir aux dispositions de législations canadiennes applicables en cette matière, qu'il s'agisse des lois fédérales, provinciales ou territoriales en vigueur au Canada.

Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication.

Responsable technique de la méthode
Martin Beuparlant, chimiste, M.Sc.,
hygiéniste industriel certifié (CIH, ROH)
Direction des laboratoires - IRSST

Personnes ayant contribué à la présente version de cette méthode
Catheline Pelletier, technicienne de laboratoire
Annie Ouellet, technicienne de laboratoire
Jacinthe Boisvert, technicienne de laboratoire
Direction des laboratoires



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

http://www.irsst.qc.ca/fr/methodes_par_type.html

Ce document technique a été financé par l'IRSST et préparé par la Direction des laboratoires.

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.
SVP vous référer au document disponible sur support informatique.

No. Révision: 4 - Date de diffusion: 2015-02-26

IRSST

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.
SVP vous référer au document disponible sur support informatique.

No. Révision: 4 - Date de diffusion: 2015-02-26

TABLE DES MATIÈRES

	Page
1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE.....	1
2. DOMAINE D'APPLICATION.....	3
3. INTERFÉRENCES.....	4
4. PRÉCISION ET EXACTITUDE.....	4
5. MATÉRIEL.....	4
6. RÉACTIFS.....	5
7. PROTOCOLE ANALYTIQUE.....	5
7.1 OBSERVATION MACROSCOPIQUE.....	5
7.2 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON.....	6
7.3 OBSERVATION MICROSCOPIQUE - ANALYSE QUALITATIVE.....	7
7.4 ANALYSE QUANTITATIVE.....	10
7.5 NETTOYAGE ENTRE LES ÉCHANTILLONS.....	11
8. ÉTALONNAGE ET CONTRÔLE DE QUALITÉ.....	12
8.1 AJUSTEMENT DU MICROSCOPE.....	12
8.2 ÉTALONNAGE DES LIQUIDES D'INDICE DE RÉFRACTION.....	12
8.3 CONTAMINATION.....	12
8.4 COMPARAISON AVEC DES PRÉPARATIONS DE RÉFÉRENCE.....	12
8.5 CONTRÔLE DE QUALITÉ INTRALABORATOIRE.....	12
8.6 CONTRÔLE DE QUALITÉ INTERLABORATOIRE ET ASSURANCE-QUALITÉ.....	13
9. RÉSULTATS.....	13
10. RAPPORTS D'ANALYSE.....	14
11. RÉFÉRENCES.....	15
ANNEXE 1.....	16

Préambule

La Loi sur la santé et la sécurité du travail au Québec a comme objet l'élimination à la source des dangers pour la santé, la sécurité et l'intégrité physique des travailleurs. Des valeurs d'exposition admissibles (VEA) aux substances chimiques ont été fixées à l'annexe 1 du Règlement sur la santé et la sécurité du travail (RSST). L'article 44 de ce règlement intitulé « Méthodes » spécifie que :

« ... Ces gaz, ces fumées, ces vapeurs, ces poussières et ces brouillards présents dans le milieu de travail doivent être prélevés et analysés de manière à obtenir une précision équivalente à celle obtenue en appliquant les méthodes décrites dans le Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail publié par l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail ... »

Pour atteindre ces objectifs, des méthodes d'analyse visant à quantifier le degré d'exposition des travailleurs sont développées et rédigées pour implanter les moyens de contrôle adéquats. Afin d'assister les intervenants en milieu de travail, l'IRSST publie, révisé périodiquement et diffuse le *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail* et la Direction des laboratoires publie des méthodes d'analyses des contaminants.

Par ailleurs, toute la terminologie utilisée dans cette méthode est décrite dans l'instruction de travail « I-G-014 » du système de gestion documentaire associée au système qualité de l'IRSST.

1. Principe de la méthode

- 1.1 Des échantillons en vrac sont obtenus à partir d'isolants, de tuiles ou d'autres matériaux pouvant contenir des fibres. Un examen préliminaire est effectué à l'aide du stéréomicroscope.
- 1.2 Des fibres sont sélectionnées et déposées dans des liquides d'indice de réfraction connu pour être ensuite observées au microscope à lumière polarisée (MLP). Les fibres sont caractérisées selon leur morphologie et leurs propriétés optiques, dont la dispersion colorante avant d'être classifiées comme fibres d'amiante (chrysotile, crocidolite, amosite, trémolite, anthophyllite et actinolite) (voir annexe 1).

Note : Les fibres minérales naturelles, les fibres minérales vitreuses artificielles et les fibres synthétiques organiques sont identifiées par cette méthode, mais les propriétés optiques permettant leur caractérisation n'y sont pas détaillées (voir référence 6). Une liste de matériaux caractérisables par MLP lorsque fibreux et inscrits à l'annexe 1 du Règlement sur la santé et la sécurité du travail (RSST) est présentée au **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

Tableau 1 Liste de matériaux réglementés dans le RSST

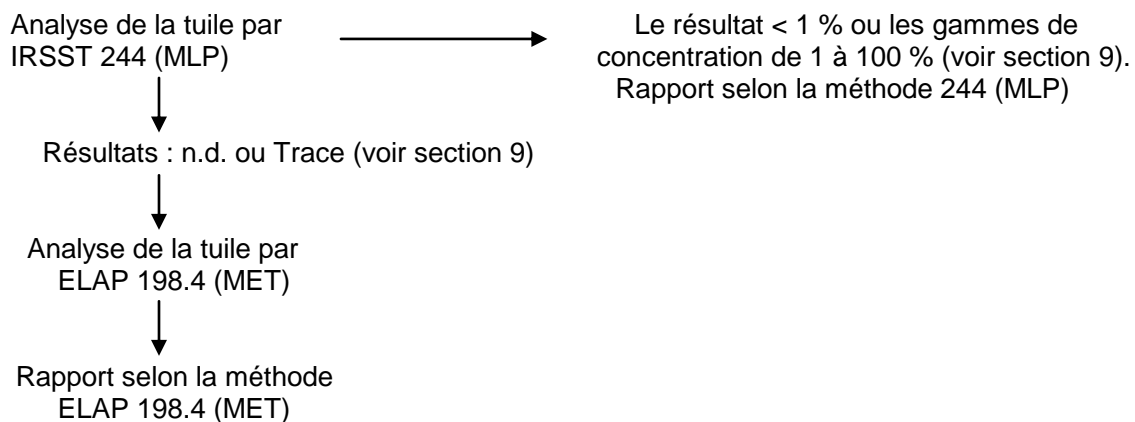
Catégorie de matériaux	Matériaux réglementés
Fibres minérales naturelles	Attapulгите Érionite Talc Wollastonite
Fibres minérales vitreuses artificielles	Fibre de laine isolante, laine de laitier Fibre de laine isolante, laine de roche Fibre de laine isolante, laine de verre Fibres de verre en filament continu Fibres réfractaires (céramique ou autres) Microfibres de verre
Fibres synthétiques organiques	Fibres de carbone et de graphite Fibres para-aramides (Kevlar®, Twaron®), Fibres polyoléfines
Autres matériaux	Cellulose (fibres de papier) Coton Gypse

- 1.3 Une estimation du pourcentage volume/volume (V/V) de fibres et d'autres composés présents est obtenue à partir de l'examen visuel au stéréomicroscope et au microscope à lumière polarisée.

- 1.4 Pour être utilisée efficacement, cette méthode suppose une connaissance des techniques de microscopie à lumière polarisée; les procédures utilisées pour mesurer les propriétés optiques n'y sont pas détaillées.
- 1.5 S'il subsiste un doute quant à l'identité ou à la classification de l'échantillon par microscopie, celui-ci peut également être analysé par diffraction des rayons X pour confirmer la présence des minéraux serpentines et/ou des amphiboles.
- 1.6 Une analyse nécessitant une méthode par microscopie électronique à transmission (MET) peut être requise pour certains matériaux contenant des fibres fines d'amiante, par exemple les tuiles de plancher. La méthode reconnue pour cet instrument est la *ELAP 198.4 - Transmission Electron Microscope Method for Identifying and Quantitating Asbestos in Non-Friable Organically Bound Bulk Samples* (Méthode par microscope électronique à transmission pour l'identification et la quantification de l'amiante dans les échantillons en vrac non friables liés par des matériaux organiques) - <http://www.wadsworth.org/labcert/elapcert/certmanual/>. Cette méthode exige la préparation gravimétrique des échantillons pour leur analyse par MET.

L'utilisation de la méthode IRSST 244 par MLP pour l'analyse des tuiles de plancher doit suivre le diagramme décisionnel suivant. Ce diagramme prévoit l'utilisation du MET pour conclure à l'absence d'amiante dans une tuile de plancher. Toutefois, la méthode ELAP 198.4 par MET peut être utilisée pour l'analyse des tuiles de plancher, peu importe la concentration d'amiante dans le matériau. De plus, la méthode ELAP 198.4 (MET) pourrait également servir pour analyser d'autres matériaux contenant des fibres d'amiante qu'elles soient liées ou non par des matériaux organiques.

*Schéma décisionnel pour l'analyse des tuiles de plancher selon la méthode IRSST 244 **



* *La méthode ELAP 198.4 (MET) peut être utilisée pour l'analyse des tuiles de plancher peu importe la concentration d'amiante dans le matériau.*

2. Domaine d'application

- 2.1 La méthode 244 permet l'identification des fibres d'amiante ou d'autres fibres minérales naturelles et artificielles. Elle permet une détermination semi-quantitative du contenu en fibres dans les échantillons en vrac, exprimée en pourcentage (V/V), telle que perçue visuellement par l'analyste par comparaison à des préparations de référence dont la valeur est connue. La gamme de concentrations de fibres couverte varie de < 1 % à 100 % (V/V).

Cette méthode ne s'applique pas aux échantillons contenant une grande quantité de fines fibres qui sont au-dessous du pouvoir de résolution du microscope optique. (Voir Section 1.6)

2.2 Sensibilité

Les fibres de moins de 5 μm de longueur et de diamètre inférieur à 0,5 μm ne peuvent être identifiées par la dispersion colorante. La nature de la matrice peut influencer la sensibilité. Les tuiles de plancher sont reconnues pour contenir une grande quantité de fibres d'amiante chrysotile dont le diamètre est inférieur à 0,5 μm .

3. Interférences

Certains matériaux fibreux comportant des propriétés optiques similaires à celles des fibres d'amiante (par exemple, les fibres de polyéthylène) peuvent causer de l'interférence. Les propriétés optiques peuvent être masquées lors du recouvrement des fibres par une matrice particulaire tels la calcite (carbonate de calcium) et le gypse (sulfate de calcium hydraté). Des traitements thermiques ou à l'acide peuvent modifier certaines propriétés optiques et même transformer la fibre d'amiante.

4. Précision et exactitude

Cette méthode utilise les techniques d'analyse reconnues de minéralogie¹⁻³ et les procédures de laboratoire standard pour les analyses d'amiante dans les échantillons en vrac établies depuis plusieurs années. Ces techniques ont été appliquées pour les analyses des échantillons du programme de contrôle de qualité de l'Agence de protection de l'environnement (U.S. EPA)⁴ depuis plusieurs années. Il n'y a toutefois pas d'évaluation formelle écrite de cette méthode⁵.

5. Matériel

- 5.1 Sacs de plastique à fermeture étanche ou tout contenant hermétique propre pour l'échantillonnage ou pour l'entreposage des échantillons;
- 5.2 Microscope à lumière polarisée muni d'un polariseur, d'un analyseur, d'une platine tournante avec vernier circulaire et :
 - objectifs de différents facteurs de grossissements (par exemple : 10X, 20X et 40X)
 - objectif de dispersion colorante (10X ou 12,5X) avec disque annulaire ou central
 - oculaire 10X
 - réticule micrométrique
 - lame auxiliaire (lame de quartz teinte sensible) : retard de 530 nm
 - lentille de Bertrand
 - filtre d'interférence de 589 nm (pour observation du liséré de Becke)
- 5.3 Stéréomicroscope avec un facteur de grossissement d'environ 10X à 65X et source lumineuse incandescente ou fluorescente;
- 5.4 Lames de microscope avec bout givré;
- 5.5 Lamelles pour lames de microscope;
- 5.6 Papier à lentilles;

- 5.7 Boîte de Petri et verres de montre;
- 5.8 Mortier et pilon (en porcelaine ou en agate);
- 5.9 Pincés à bout fin, scalpel, spatule et aiguilles à dissection;
- 5.10 Hotte avec filtre HEPA;
- 5.11 Plaque chauffante.

6. Réactifs

- 6.1 Liquides d'indice de réfraction pour dispersion colorante: 1,550, 1,605, 1,620, 1,635, 1,680, 1,670 et 1,700 (série E « high dispersion » si possible);
- 6.2 Échantillons de référence reconnus : différents types d'amiante et de fibres minérales synthétiques organiques (SRM # 1866A de NIST, SRM # 1867 de NIST et le standard de calibration de RTI);
- 6.3 Ensemble de calibration pour les liquides d'indice de réfraction (billes de verre optique d'indice certifié);
- 6.4 Mélanges de concentrations connues (fibres et matrice particulaire);
- 6.5 Eau distillée;
- 6.6 Acide chlorhydrique dilué, 10 %;
- 6.7 Acide chlorhydrique concentré.

7. Protocole analytique

7.1 Observation macroscopique

- 7.1.1 Faire un examen visuel de l'échantillon dans son contenant et noter l'homogénéité, l'apparence physique, la morphologie et la couleur.
- 7.1.2 Prélever, sous la hotte, une quantité représentative de l'échantillon et le déposer dans une boîte de Petri. Briser des portions d'échantillon et examiner les fibres émergentes des fragments. Observer avec le stéréomicroscope la structure de l'échantillon en notant la morphologie et la taille des fibres, la présence de matériel non fibreux. Estimer le pourcentage de matériel fibreux présent par comparaison à des mélanges de concentration connue. Noter ces informations.

7.1.3 En utilisant le stéréomicroscope et à l'aide de pinces, prélever des portions représentatives de fibres et les déposer sur une lame propre. On peut manipuler l'échantillon à l'aide d'une aiguille afin de bien le répartir sur la lame, puis on le recouvre d'une lamelle propre.

7.1.3.1 Si l'échantillon semble non homogène, il peut être mélangé à l'aide des pinces ou de la spatule avant son prélèvement. Si le mélange n'est pas encore homogène, prendre de petites portions représentatives de chaque type de matériau et les placer sur une lame propre.

7.1.3.2 Si l'échantillon est constitué de couches distinctes évidentes, les prélever et les analyser séparément.

7.1.3.3 Si l'échantillon contient des particules dures et larges, il peut s'avérer nécessaire de le broyer à l'aide d'un mortier et d'un pilon. Ne pas broyer excessivement afin de ne pas altérer les caractéristiques des fibres.

7.1.3.4 Si des particules comme la calcite et le gypse adhèrent fortement aux fibres, un lavage à l'acide chlorhydrique dilué permet de libérer les fibres de ces particules.

7.1.3.5 Pour des tuiles composées de minces couches inséparables, utiliser un scalpel pour couper à travers ces couches afin d'obtenir un échantillon représentatif. Tailler ensuite en plus petits morceaux après y avoir déposé une goutte de liquide d'indice de réfraction.

Note : Ce type d'échantillon nécessite souvent une calcination ou une autre technique spéciale de dissolution avec solvant⁶.

7.1.3.6 Si nécessaire, traiter une portion de l'échantillon, sous une hotte, avec un solvant approprié pour dissoudre le liant, goudron ou autres matériaux interférents qui peuvent être présents dans l'échantillon. Tenir compte du matériau non fibreux qui est enlevé par ce procédé lors de l'estimation du contenu en fibres.

Note : Si l'utilisation d'acide ou de chaleur est requise, les propriétés optiques des fibres peuvent être modifiées.

7.2 Préparation de l'échantillon

7.2.1 Une goutte de liquide d'indice de réfraction sélectionné est déposée à la jonction entre la lame et la lamelle tel que mentionné à la Section 7.1.3. L'action de capillarité fera pénétrer le liquide sous la lamelle et les fibres baigneront ainsi dans ce milieu.

Une autre façon de procéder est de déposer d'abord quelques gouttes de liquide d'indice de réfraction connu sur une lame propre en s'assurant que la tige de verre ne touche pas la surface de la lame. On met ensuite une infime quantité du matériau à analyser dans le liquide, puis on recouvre d'une lamelle propre.

7.2.2 Une légère pression est appliquée sur la lamelle à l'aide d'une gomme à effacer d'un crayon pour enlever les bulles d'air, pour aider à la répartition des fibres et pour permettre au matériau particulaire de se dissocier des fibres.

Note : Une dispersion uniforme de l'échantillon doit couvrir la surface entière sous la lamelle. Une certaine pratique sera nécessaire afin de juger de la quantité adéquate d'échantillons à déposer sur la lame. Une trop faible quantité d'échantillons ne fournira pas suffisamment d'information tandis qu'un excès d'échantillon rendra l'analyse difficile.

7.2.3 Bien identifier l'échantillon sur le bout givré de la lame et noter l'indice de réfraction du liquide d'immersion.

7.2.4 Prendre les précautions nécessaires afin de minimiser la contamination par des matériaux très friables (Voir Section 7.5).

7.3 Observation microscopique - analyse qualitative

L'échantillon est observé au microscope à lumière polarisée à des facteurs de grossissements variant de 100 à 400X. Un balayage de la lame est réalisé afin d'identifier les fibres selon différentes propriétés optiques telles que la morphologie, l'indice de réfraction, la couleur, le pléochroïsme, la biréfringence, l'extinction, le signe d'allongement et les couleurs de dispersion.

7.3.1 Procédures générales

7.3.1.1 Effectuer un balayage de l'échantillon déposé dans une solution sélectionnée selon l'observation préliminaire au stéréomicroscope ou dans une solution d'indice de réfraction de 1,55 HD. À différents facteurs de grossissements, observer la morphologie pour vérifier la présence de fibres.

7.3.1.2 Si des fibres sont détectées, faire l'examen en lumière « naturelle » et prendre note de la morphologie, de la couleur et du pléochroïsme (couleur et orientation par rapport au polariseur).

Note : En microscopie à lumière polarisée, on parle de lumière naturelle quand seulement le polariseur est inséré sur le trajet des rayons lumineux. Il ne s'agit donc pas de véritable lumière naturelle, c'est pourquoi ce terme est placé entre guillemets.

7.3.1.3 Avec les polariseurs croisés, vérifier la biréfringence et les caractéristiques d'extinction des composantes fibreuses. Si toutes les fibres sont isotropes (c'est-à-dire qu'elles s'éteignent à tous les angles de rotation), ce ne sont pas des fibres d'amiante. Les fibres de verre et la laine minérale sont des exemples de matériaux isotropes.

- 7.3.1.4 Si des fibres anisotropes sont trouvées, faire une rotation de la platine pour déterminer l'angle d'extinction. La plupart des fibres d'amiante exhibent une extinction parallèle (c'est-à-dire de 0°). Les fibres de la série trémolite-actinolite ainsi que la crocidolite ont un angle d'extinction oblique de $0-5^\circ$ ⁷.
- 7.3.1.5 Insérer la lame de quartz teinte sensible (retard du premier ordre; $\lambda = 530$ nm) et déterminer le signe d'allongement des fibres anisotropes. Toutes les formes d'amiante ont un signe d'allongement positif à l'exception de la crocidolite (si c'est le cas, voir Section 7.3.3).
- 7.3.1.6 Enlever la lame de quartz et l'analyseur. En lumière « naturelle », observer le liséré de Becke afin de vérifier si les fibres sont immergées dans un liquide d'indice de réfraction adéquat.
- Note : Le filtre d'interférence de 589 nm facilite l'observation du liséré de Becke.
- 7.3.1.7 À l'aide de l'objectif de dispersion colorante, noter les couleurs produites lorsque l'orientation de la fibre est parallèle et perpendiculaire à la direction de vibration du polariseur. Si les couleurs de dispersion ne sont pas distinctes à cause de la dimension de la fibre ou d'interférences particulières, ouvrir le diaphragme d'ouverture légèrement et/ou augmenter l'intensité de la lumière.
- 7.3.1.8 Si d'autres types de fibres sont observés, préparer de nouveaux montages dans un liquide d'indice de réfraction approprié. Les substances qui ne sont pas placées dans un liquide adéquat montreront un fort contraste (relief) et des couleurs de dispersion non typiques ou aucune couleur.

Pour les besoins de cette méthode, les fibres d'amiante sont définies comme ayant un rapport longueur:diamètre supérieur à 3:1 tous diamètres confondus. L'identification des fibres d'amiante répond aux critères de l'une des six fibres présentées à l'Annexe 1 lorsqu'analysées par microcopie à lumière polarisée ou selon les critères de la méthode ELAP 198.4 par microscopie électronique à transmission qu'elles soient asbestiformes ou non asbestiformes (fragments de clivage)¹⁰. Les critères morphologiques mentionnés dans cette méthode doivent être spécifiés lors d'une demande d'analyse par la méthode ELAP 198.4.

7.3.2 Identification du chrysotile

Dans le liquide d'immersion d'indice de réfraction de 1,550 HD, le chrysotile (fibres ondulées et souvent en faisceaux) produit des couleurs de dispersion (avec disque central) bleu (perpendiculaire) et bleu-magenta (parallèle). Le polyéthylène déchiqueté prend la morphologie du chrysotile, mais se distingue de celle-ci lors du test à la flamme : le polyéthylène fond à 135°C ou moins et démontre des couleurs de dispersion jaune et bleu dans l'indice 1,550. La morphologie du talc fibreux peut ressembler à celle du chrysotile, mais les couleurs de dispersion sont différentes pour ces deux espèces.

7.3.3 Identification de la crocidolite

Si les fibres de l'échantillon sont droites et rigides, ont un indice de réfraction supérieur à 1,550, ont un signe d'allongement négatif, paraissent bleues et sont pléochroïques (couleurs changent du bleu au gris) lorsqu'elles subissent une rotation en lumière « naturelle », la présence de crocidolite est soupçonnée. Préparer une lame avec le liquide d'indice de réfraction de 1,68. Avec l'objectif de dispersion colorante (disque central), les fibres de crocidolite exhibent des couleurs de dispersion jaune pâle (perpendiculaire) et jaunes (parallèle). Toutefois, ces couleurs peuvent être difficiles à voir en raison de l'opacité des fibres de couleur foncée.

Note : Lorsque la crocidolite est chauffée à une température de 300 - 400°C, le signe d'allongement peut changer et la couleur, le pléochroïsme et l'indice de réfraction peuvent être légèrement différents.

7.3.4 Identification de l'amosite

Si les fibres de l'échantillon ont un indice de réfraction supérieur à 1,550, préparer une lame avec le liquide d'indice de réfraction de 1,68. Si la morphologie correspond à des fibres droites individuelles ou en bûchettes avec des bouts effilochés, observer ces fibres avec l'objectif de dispersion colorante (disque central) : les couleurs de dispersion de l'amosite sont le bleu (perpendiculaire) et le jaune doré (parallèle).

7.3.5 Identification de l'anthophyllite, de la trémolite ou de l'actinolite

Si l'indice de réfraction des fibres se situe entre 1,55 et 1,68, préparer une lame avec le liquide d'indice de réfraction de 1,605. Les indices de réfraction de l'anthophyllite, de la trémolite et de l'actinolite peuvent varier naturellement à l'intérieur de l'espèce. L'anthophyllite se distingue des deux autres par son extinction parallèle. L'actinolite a une couleur vert pâle à vert foncé avec pléochroïsme en lumière « naturelle ». Ces trois types de fibres présentent une morphologie droite, simple ou composée et des fragments clivés peuvent être présents. Les couleurs de dispersion de l'anthophyllite avec le disque central sont le jaune doré (parallèle) et le bleu ou le magenta (perpendiculaire). La trémolite a des couleurs de dispersion jaunes (parallèle) et bleues ou magenta (perpendiculaire). On la différencie de l'anthophyllite par son extinction oblique. L'actinolite exhibe des couleurs de dispersion jaune pâle (parallèle) et jaunes (perpendiculaire). Il est parfois nécessaire d'utiliser une technique

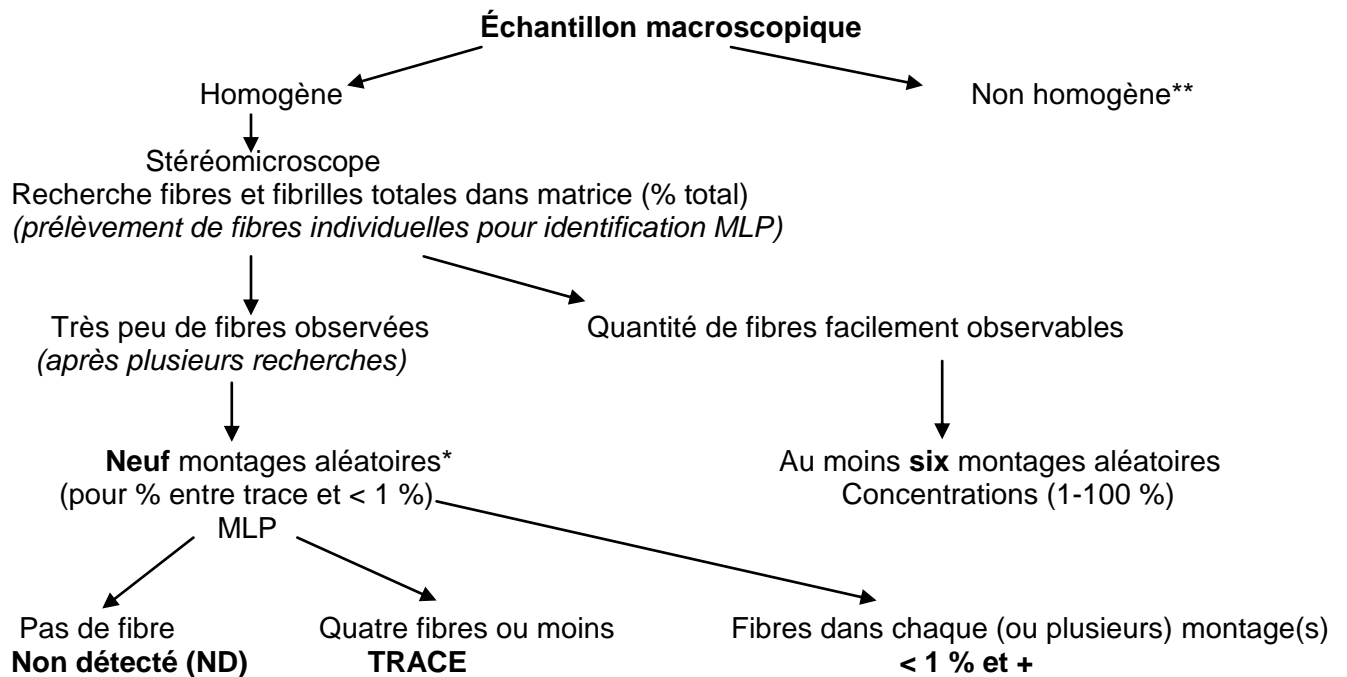
complémentaire telle la microscopie électronique à transmission pour différencier la trémolite de l'actinolite.

Note : Dans cette échelle d'indice de réfraction, la wollastonite est une interférence commune par sa morphologie similaire et la présence de fragments de clivage. La wollastonite possède un signe d'allongement positif et négatif, une extinction parallèle (ou variable) et des couleurs de dispersion du jaune au magenta (perpendiculaire) et jaune (parallèle). Une légère pression avec une aiguille sur la lamelle suffit pour faire tourner la plupart des fibres de wollastonite d'un signe d'allongement positif à négatif. Pour une confirmation supplémentaire quant à la présence de la wollastonite versus celle de l'anthophyllite, une petite quantité de l'échantillon peut être lavée dans une goutte d'acide chlorhydrique concentré, sur une lame. Après avoir déposé une lamelle sur la préparation, déposer la lame sur une plaque chauffante jusqu'à évaporation de la préparation. Introduire le liquide d'indice de réfraction de 1,620 par action capillaire et faire l'examen microscopique. La wollastonite aura une apparence hachurée en croisillons et ne démontrera aucune couleur de dispersion. L'anthophyllite et la trémolite exhiberont leurs couleurs de dispersion originales.

7.4 Analyse quantitative

- 7.4.1 Le pourcentage de matériel fibreux de l'échantillon est estimé à partir des observations macroscopiques (section 7.1.2). Au moins six montages sont préparés à partir de prélèvements aléatoires dans différentes parties de l'échantillon pour observation microscopique. Ces préparations sont balayées complètement au microscope et des estimations du pourcentage sont formulées pour chaque composante en tenant compte de la quantité et de la distribution de tout l'échantillon sur la lame. Si les estimations concordent assez bien entre elles, l'évaluation moyenne est normalisée à 100 %. Pour de faibles teneurs en amiante, au moins neuf montages sont nécessaires pour réaliser une évaluation quantitative.

Schéma décisionnel pour les faibles pourcentages



* Chaque montage doit être chargé de particules.

** Pour un échantillon non homogène, on peut le mélanger à l'aide des pinces avant son prélèvement. S'il ne peut être rendu homogène, on prend des petites portions représentatives de chaque type de matériau. Si l'échantillon est constitué de couches distinctes évidentes, on les traite séparément en rapportant les résultats pour chacune des parties.

7.4.2 Formuler une estimation quantitative de la teneur en amiante de l'échantillon en se basant sur les estimations des observations macroscopiques et microscopiques. L'utilisation d'échantillons de teneurs connues peut être utile à cette étape. Le contenu en amiante devrait être exprimé selon une échelle de pourcentage (Section 9).

7.5 Nettoyage entre les échantillons

Lorsque l'analyse d'un échantillon est terminée, remettre celui-ci dans son contenant. Essuyer le contenant avec un papier essuie-tout humide avant de le retirer de la hotte. Si l'échantillon est très friable ou poussiéreux, le placer dans un sac de plastique à fermeture étanche. Essuyer le plateau du stéréomicroscope avec un papier humidifié à l'eau. Laver les contenants et instruments (pinces, aiguilles, etc.) utilisés avec de l'eau.

8. Étalonnage et contrôle de qualité

8.1 Ajustement du microscope

Suivre les instructions du fabricant pour l'illumination, l'alignement du condenseur et autres ajustements du microscope (ajustements des oculaires, centrage des objectifs, illumination Köhler, alignement des polariseurs, orientation et calibration du réticule micrométrique, centrage du disque central de l'objectif de dispersion colorante). Effectuer ces ajustements avant chaque série d'échantillons et rapporter ces vérifications dans un cahier.

8.2 Étalonnage des liquides d'indice de réfraction

Vérifier, tous les six mois, les indices de réfraction des solutions de montage utilisées à l'aide des billes de verre optique d'indice certifié. Rapporter ces vérifications dans un cahier prévu à cet effet.

8.3 Contamination

Vérifier la contamination des lames de microscope, des lamelles et des liquides d'indice de réfraction chaque jour d'opération. Rapporter ces résultats dans un cahier prévu à cet effet.

8.4 Comparaison avec des préparations de référence

Des mélanges de concentrations connues sont préparés à partir de différentes fibres et de matrices particulaires tels la calcite et le gypse. Lors de l'analyse quantitative d'un échantillon, le pourcentage de chaque forme d'amiante identifiée est déterminé par comparaison avec ces préparations.

8.5 Contrôle de qualité intralaboratoire

Un échantillon réel doit être réanalysé à tous les dix échantillons (10 %) par un analyste différent de celui qui a effectué la première analyse. Cette pratique s'inspire des exigences d'accréditation de l'*American Industrial Hygiene Association – Laboratory Accreditation Program, LLC (AIHA-LAP, LLC)* et devrait être considérée par les clients d'un laboratoire qui effectue cette analyse. Ainsi, la deuxième analyse ne doit pas différer de plus d'une gamme de concentration. Des différences plus grandes dans l'estimation des pourcentages doivent faire l'objet d'échanges entre les analystes, dans le but d'arriver à un consensus. S'il s'avère que le nouveau résultat, différent du premier, représente mieux la teneur en fibres dans l'échantillon, on pourra refaire l'analyse des échantillons analysés précédemment en relation avec ce contrôle et produire un rapport corrigé en conséquence. Enregistrer les résultats de ce contrôle. S'il n'y a qu'un seul analyste dans le laboratoire, l'échantillon peut être analysé de nouveau lors d'une autre série d'analyses. Si les différences dépassent le critère tel que décrit ci-dessus, l'analyste devra se fier à son jugement professionnel pour rapporter les résultats.

8.6 Contrôle de qualité interlaboratoire et assurance-qualité

Les laboratoires qui réalisent des analyses de fibres dans les échantillons en vrac par microscopie à lumière polarisée doivent participer à un programme d'essais d'aptitude interlaboratoires tels le *National Voluntary Laboratory Accreditation Program (NVLAP)*⁸ ou le programme de *Research Triangle Institute (RTI)*⁹. Chaque analyste devrait avoir reçu un entraînement formel et complet en microscopie à lumière polarisée et sur son application au matériel cristallin. Une formation peut également être fournie par d'autres personnes du laboratoire ayant une expertise adéquate dans l'analyse de l'amiante. En raison de la nature subjective de cette méthode, le personnel formé doit exercer fréquemment la pratique de celle-ci afin de maintenir leur compétence pour pouvoir estimer adéquatement les pourcentages de fibres.

Les laboratoires réalisant l'analyse des fibres dans les échantillons en vrac par microscopie électronique à transmission doivent, pour leur part, participer au programme d'essais d'aptitude de l'*Environmental Laboratory Approval Program (ELAP)* du *Wadsworth Center* pour le champ de compétence *Solid and Hazardous Waste/Asbestos in Non-Friable Material-TEM*

(www.wadsworth.org/labcert/elap/elap.html).

9. Résultats

L'analyse quantitative des différentes composantes d'un mélange, parfois non homogène, demeure subjective puisqu'elle est basée sur une estimation visuelle par l'analyste. Rapporter les résultats selon des gammes de concentrations exprimées en % par volume, par exemple :

- a) n.d. (non décelé : pas d'évidence de la présence de fibres dans au moins neuf montages)
- b) Trace (Présence de quatre fibres et moins sur l'ensemble des neuf montages : contamination possible de l'échantillon).
- c) < 1 % (présence de cinq fibres et plus sur l'ensemble des neuf montages).
- d) Présence significative : présence de fibres plus importante à une trace et dont la teneur en % par volume s'exprime par des gammes de concentration telles que:
 - 1 - 5 %
 - 5 - 10 %
 - 10 - 25 %
 - 25 - 50 %
 - 50 - 75 %
 - 75 - 90 %
 - > 90 %

Les deux dernières gammes (c et d) confirment la présence d'amiante dans l'échantillon.

10. Rapports d'analyse

Conformité à la réglementation des rapports d'analyse des fournisseurs de services pour la détermination du pourcentage d'amiante dans les matériaux en vrac.

Au Québec, certaines dispositions du Règlement sur la santé et la sécurité du travail (RSST, article 62 et Section IX. I) et du Code de sécurité pour les travaux de construction (CSTC, section 3.23) s'appliquent lorsque la concentration d'amiante dans les matériaux ou les produits est d'au moins 0,1 %.

Puisque cette norme est différente dans les autres provinces canadiennes et dans les États américains, il est de la responsabilité d'un client de vérifier la gamme de concentrations qui peut être rapportée dans un rapport d'analyse émis par un fournisseur de service. Les résultats rapportés doivent permettre de déterminer que la concentration d'amiante dans le matériau ou le produit est conforme à la norme en vigueur au Québec, que les résultats soient chiffrés en pourcentage (%) ou lettrés (ex. : Résultat = trace).

À titre informatif, pour cette analyse, il est obligatoire de présenter les gammes de concentration pouvant être rapportées au bas d'un rapport d'analyse pour un laboratoire accrédité par l'*American Industrial Hygiene Association – Laboratory Accreditation Program, LLC (AIHA-LAP, LLC)*. Cette bonne pratique devrait être exigée par les clients.

Pour obtenir des informations additionnelles sur les exigences réglementaires concernant l'analyse et la conformité d'un rapport d'analyse émis par un laboratoire, contacter un bureau régional de la Commission de la santé et de la sécurité du travail (CSST) au 1(866)302-CSST (2778) ou consulter la page Web suivante :

http://www.csst.qc.ca/nous_joindre/Pages/repertoire_general.aspx

11. Références

1. Bloss, F.D. Introduction to the Methods of Optical Crystallography, Holt, Rinehart et Winston, 1961.
2. Shelley, D. Optical Mineralogy, 2nd Ed., New York, Elsevier, 1985.
3. McCrone, W. The Asbestos Particle Atlas, Ann Arbor Science, Michigan, 1980.
4. U.S. Environmental Protection Agency, "Interim Method for the Determination of Asbestos in Bulk Samples", EPA-600/M4-82-020, December 1982.
5. National Institute for Occupational Safety and Health, "Asbestos (bulk)", in NIOSH Manual of Analytical Method, 3^e ed., Method 9002, Cincinnati, 1989.
6. McCrone, W. Asbestos Identification, G & G Printers, Chicago, 1987.
7. McCrone, W. "Discussion of the Asbestos bulk sample analysis quality assurance programs". American Environmental Laboratory, 4, 16-20 (1990).
8. National Voluntary Laboratory Accreditation Program, National Institute of Standards and Technology, Bldg 101, Room A-807, Gaithersburg, MD. 20899.
9. Research Triangle Institute, Center for Environmental Measurements and Quality Assurance, Post Office Box 12194, Research Triangle Park, North Carolina 27709-2194.
10. Dion et coll. Synthèse des connaissances sur la trémolite contenue dans le talc, Rapport R -724, Montréal, IRSST, 2012.
11. Cette méthode doit être utilisée de concert avec les règlements et normes suivantes :
 - ✓ Loi sur la santé et la sécurité du travail. L.R.Q., chapitre S-2.1. Éditeur officiel du Québec (1^{er} décembre 2014).
 - ✓ Règlement sur la santé et la sécurité du travail. S-2.1, r.19.01, Décret 885-2001. Éditeur officiel du Québec (1^{er} avril 2013).
 - ✓ *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*. Direction des opérations, IRSST, T-06 Guide technique, Montréal, Québec (octobre 2012).
 - ✓ ISO Guide 30, Termes et définitions utilisés en rapport avec les matériaux de référence, 2^e édition, 1992.
 - ✓ ISO, Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM), 3^e édition, 2012.

ANNEXE 1

Propriétés optiques des fibres d'amiante

Amiante	Morphologie et couleur	Indice de réfraction (valeurs approximatives)		
		n _L	n _{II}	Biréfringence *
Chrysotile	Fibres ondulées. Bouts évasés sur les agglomérats plus larges. Incolore à légèrement brun lorsque chauffé. Pas de pléochroïsme. Aspect longueur:diamètre > 10:1.	1,54	1,55	0,013 - 0,017 (faible à modérée)
Amosite (cummingtonite-grunerite)	Fibres droites et agglomérats de fibres. Les bouts des agglomérats sont comme des balais ou évasés. D'incolore à brun lorsque chauffé. Faible pléochroïsme. Aspect longueur:diamètre > 10:1.	1,67	1,70	0,025 - 0,054 (modérée)
Crocidolite (riebeckite)	Fibres droites et agglomérats de fibres. Les longues fibres montrent une courbure. Bouts évasés sur les agglomérats. Couleur bleue caractéristique. Pléochroïsme. Aspect longueur:diamètre > 10:1.	1,71	1,70	0,004 (faible à modérée) (les couleurs d'interférence peuvent être masquées par la couleur bleue).
Anthophyllite	Fibres droites et agglomérats de fibres. Présence possible de fragments de clivage. Incolore à légèrement brun. Pas ou peu de pléochroïsme. Généralement d'aspect longueur:diamètre < 10:1.	1,60	1,616	0,016-0,025 (modérée)
Trémolite-actinolite	Fibres droites et courbées. Fragments de clivage communs. Gros agglomérats de fibres avec bouts évasés. La trémolite est incolore. L'actinolite est verte et possède un pléochroïsme faible à modéré. Généralement d'aspect longueur:diamètre < 10:1.	1,60 (trémolite)	1,625 (trémolite)	0,022 - 0,027 (modérée)
		1,63 (actinolite)	1,65 (actinolite)	

* Tiré de : "Asbestos Reference Chart" adapted from original data compiled by Dr. Walter McCrone, distribué par Entela Engineering Services Inc.

Propriétés optiques des fibres d'amiante (suite)

Amiante	Extinction	Signe d'allongement	Couleur de dispersion colorante (disque central)		
			Liquide d'indice de réfraction	⊥ au polariseur	∥ au polariseur
Chrysotile	Parallèle	+	1,550	bleue	bleu-magenta
Amosite (cummingtonite-grunerite)	Parallèle	+	1,68	bleue	jaune doré ¹
Crocidolite (riebeckite)	0 - 5° (légèrement oblique)	-	1,68	jaune pâle	jaune
Anthophyllite	Parallèle	+	1,605 1,62	bleu-magenta bleu vert	jaune doré jaune doré
Trémolite-Actinolite	0 - 5° Oblique 10 - 20° pour fragments	+	1,605	bleue ou magenta (trémolite) jaune (actinolite)	jaune (trémolite) jaune pâle (actinolite)

¹ : Amosite : lorsque les fibres sont soumises à de hautes températures : pas de couleur de dispersion.