→ E. Kauffer, J.C. Vigneron, M. Villa, P. Martin, M. Grzebyk, Département Métrologie des polluants, Centre de recherche de l'INRS-Lorraine, Nancy

# Mesurage de la concentration en nombre de fibres dans l'air

Étude comparée de la méthode du filtre à membrane et des appareils à lecture directe. Résultats préliminaires

Cahiers de notes documentaires - Hygiène et sécurité du travail - N° 178, 1er trimestre 2000

→ E. Kauffer, J.C. Vigneron, M. Villa, P. Martin, M. Grzebyk, Département Métrologie des polluants, Centre de recherche de l'INRS-Lorraine, Nancy

#### COMPARATIVE STUDY OF THE MEMBRANE FILTER METHOD AND DIRECT READING INSTRUMENTS FOR COUNTING AIRBORNE FIBRES PRELIMINARY RESULTS

The use of direct reading instruments for counting airborne fibres is increasingly widespread. Two such instruments (the FM-7400 and Fibrecheck FC-2) were compared to the conventional method of filter sampling and phase contrast optical microscopy counting. It emerged that direct reading instruments are rapid and easy to use. However, if used as is, they can produce totally flawed results when measuring certain granulometric classes of fibrous aerosols. It is therefore important to check their suitability for fibre detection when seeking to measure fibre concentrations in the air. If they are to give results which go beyond mere assessment, they must be calibrated with reference to the conventional method.

fibre • counting • techniquecomparison

# Mesurage de la concentration en nombre de fibres dans l'air

Étude comparée de la méthode du filtre à membrane et des appareils à lecture directe. Résultats préliminaires

Les appareils à lecture directe pour le mesurage de la concentration en nombre de fibres dans l'air sont d'une utilisation de plus en plus fréquente. La réponse de deux de ces appareils (FM-7400 et Fibrecheck FC-2) a été comparée à la méthode conventionnelle par prélèvement sur filtre et comptage par microscopie optique à contraste de phase. Il apparaît que ces appareils sont simples et rapides à mettre en œuvre mais qu'ils peuvent fournir, tels qu'ils sont livrés, des résultats complètement erronés pour certaines classes granulométriques d'aérosols fibreux. Il est donc nécessaire de vérifier l'aptitude de ces appareils à détecter les fibres, dont on cherche à évaluer la concentration dans l'air. Pour une mesure plus précise qu'une simple évaluation, un étalonnage de ces appareils par rapport à la méthode conventionnelle doit être réalisé.

• fibre • comptage • technique • comparaison

es appareils à lecture directe sont utilisés pour le mesurage de la concentration des aérosols en suspension dans de l'air, des gaz ou des particules. Ces instruments permettent une évaluation rapide des concentrations et offrent à l'hygiéniste industriel la possibilité de prendre rapidement, si nécessaire, des mesures correctives.

Ils peuvent fonctionner de manière continue, avec l'avantage de contrôler une ambiance de travail sur une longue période et d'être ainsi mieux à même de repérer les pics de pollution. On peut les utiliser pour effectuer des mesures relatives à l'intérieur d'un même atelier (comparaison de différents postes de travail, mesure de l'efficacité d'un dispositif de captage des poussières) ou avec l'intention d'estimer de manière précise les niveaux de pollution.

Parmi les très nombreux appareils commercialisés [1], quelques-uns sont dédiés au mesurage de la concentration en nombre de fibres dans l'air par l'analyse de la lumière diffusée par les particules. L'intensité de la lumière diffusée est donnée par la théorie de Mie pour les particules sphériques [2]. Cette théorie a été étendue par Kerker au cas des particules cylindriques [3]. Avant d'atteindre la cellule de mesurage, les fibres sont alignées. Pour des fibres conductrices, un alignement est obtenu sous l'action d'un champ électrique [4 à 6].

Des fibres ayant une susceptibilité magnétique suffisante peuvent également être alignées sous l'action d'un champ magnétique [7]. Dans ce cas, les fibres sont alignées parallèlement ou perpendiculairement au champ, bien que certaines fibres s'alignent suivant les directions intermédiaires. Enfin, une géométrie particulière du conduit d'écoulement de l'air prélevé peut entraîner un alignement des fibres dans le sens du débit sous l'action des forces d'écoulement [8, 9]. Actuellement en France, deux appareils sont commercialisés :

• le FM-7400 (Schæfer-Techniques®), dont les premières versions remontent à une vingtaine d'années,

• le Fibrecheck FC-2, de fabrication beaucoup plus récente (Extramiante<sup>®</sup>).

Un industriel des fibres minérales artificielles teste actuellement un appareil prototype, le « scintillateur ». L'intérêt de ces appareils est, évidemment, de permettre une réponse beaucoup plus rapide pour l'évaluation de la concentration en nombre de fibres que la méthode conventionnelle (par prélèvement sur filtre et comptage par microscopie optique à contraste de phase : MOCP).

L'objectif de cet article est de faire état des premiers résultats obtenus lors de l'utilisation du FM-7400 et du Fibrecheck FC-2 dans différentes situations. L'utilisation de plus en plus fréquente de ces appareils rend nécessaire la publication de ces résultats, encore préliminaires. Une étude plus complète actuellement menée en laboratoire sera publiée ultérieurement.

#### PETIT GLOSSAIRE

FM-7400 et Fibrecheck FC-2 : appareils de comptage de fibres

#### MOCP :

microscopie optique à contraste de phase

# FMA :

fibres minérales artificielles

#### Grandeurs et unités utilisées

Concentrations : en nombre de fibres par ml [f/ml]

Longueur (I) et diamètre (d) des fibres [µm]

Rapport longueur sur diamètre (I/d) [—]

Débit de prélèvement [I/min]

# 1. Matériel et mesures

## 1.1. Matériel

#### FM-7400

Le FM-7400 est un compteur de fibres dont les précédentes versions, FAM-1 et FAM-2, ont été développées par le NIOSH (<sup>1</sup>), en collaboration avec l'EPA (<sup>2</sup>) et le Bureau of Mines américain [10]. Les fibres sont alignées dans un champ électrique oscillant. L'analyse de la lumière diffusée d'un laser hélium-néon est interprétée pour discriminer les fibres des autres particules. L'appareil est étalonné par le fabricant avec des fibres d'amiante.

L'appareil est conçu pour un débit de 2 l/min. Des temps de prélèvement de 1, 10, 100 et 1 000 minutes peuvent être programmés. Les fibres prises en compte sont celles dont le diamètre est compris entre 0,2 et 20  $\mu$ m. La coupure en longueur permet le choix entre les valeurs de 3, 5, 10 et 20  $\mu$ m. Pour un fonctionnement correct, l'humidité relative de l'air doit être comprise en 30 et 90 %. La gamme de mesurage s'étend de 0,0001 à 25 fibres/ml. L'appareil est portable *(fig. 1)*.

#### Fibrecheck FC-2

Le Fibrecheck FC-2 est un instrument portable pour le mesurage de la concentration d'un aérosol fibreux dans l'air *(fig. 2).* Le débit d'air prélevé est de 2 l/min. Un débit turbulent à travers une tuyère transporte les particules quelle que soit leur orientation à l'intérieur du volume de détection. Le traitement électronique du signal de la lumière diffusée par un faisceau laser coaxial à la tuyère permet de compter le nombre total de particules et le nombre de fibres.

Sur l'écran de contrôle de l'appareil, le nombre total de particules détectées, la concentration gravimétrique et la concentration en nombre de fibres dans le domaine [0 - 5 fibres/ml] sont indiqués. Les fibres prises en compte sont celles de diamètre supérieur à 0,2 µm et de rapport longueur sur diamètre supérieur à 3:1. Pour une utilisation correcte de l'appareil, la plage de variation autorisée de l'humidité relative de l'air s'étend de 10 à 85 %.

 (1) NIOSH : National Institute for Occupational Safety and Health, Cincinnatti.
 (2) EPA : Environmental Protection Agency, Washington.

# Scintillateur

Cet appareil est un prototype en cours de développement dont les résultats obtenus ne seront pas présentés. Il est également mentionné car, de par sa présence dans les essais, il a conditionné la disposition et le nombre de prélèvements sur filtres réalisés.

# 1.2. Prélèvements

Des prélèvements ont été réalisés dans deux usines produisant des fibres minérales artificielles (FMA : fibres de céramique ou fibres de laitier). L'aérosol était échantillonné en même temps par les trois appareils (FM-7400, Fibrecheck FC-2 et scintillateur). Parallèlement, des filtres (Millipore<sup>®</sup> quadrillés, diamètre 25 mm, diamètre de pore 0,8 µm, réf. AAWG0250C), montés sur têtes Gelman® en Delrin, étaient prélevés pour analyse en microscopie optique à contraste de phase. Des filtres en polycarbonate (Nuclépore<sup>®</sup> de diamètre de pore 0,4 µm), montés sur les mêmes têtes de prélèvement, étaient également prélevés, dans le but de mesurer la distribution en diamètre et en longueur des fibres présentes dans l'atmosphère. Pour les prélèvements sur filtre, une pompe unique (Rietschle®, type VCA 15) était utilisée. Au niveau de chaque tête de prélèvement, le débit (1 l/min) était assuré par des orifices critiques, préalablement étalonnés au laboratoire en utilisant des membranes filtrantes de même nature. La *figure 3* montre les positions respectives des appareils et des têtes de prélèvement.

En complément, des fibres d'amiante chrysotile ont été prélevées en laboratoire dans une cellule à empoussièrement, habituellement utilisée pour des expériences sur animaux [11]. Une disposition des appareils et des têtes de prélèvement, analogue à celle décrite précédemment pour les prélèvements en usine, a été utilisée. L'orifice d'aspiration de chaque appareil est encadré par deux filtres, situés juste au-dessus et en dessous, destinés au comptage des fibres par MOCP.

Deux filtres supplémentaires sont utilisés pour la mesure de la longueur et du diamètre des fibres. Contrairement aux expériences sur le terrain, le scintillateur n'a été présent ici que pour une partie des essais seulement.

#### Cahiers de notes documentaires - Hygiène et sécurité du travail - N° 178, 1er trimestre 2000



Fig. 1. Appareil FM-7400 - The FM-7400

Fig. 2. Appareil Fibrecheck FC-2 The Fibrecheck FC-2

57

Fig. 3. Disposition des appareils et des têtes de prélèvement lors des prélèvements en usine

1) à (5) : emplacement des filtres destinés au comptage en microscopie optique à contraste de phase

(a) - (7): emplacement des filtres destinés à la mesure de la longueur et du diamètre des fibres
(a): entrée d'air de l'appareil Fibrecheck FC-2

- ) : entrée d'air de l'appareil FM-7400
- (i) : entrée d'air du prototype
- Arrangement of instruments and sampling heads when taking factory samples
  1-5: Positions of filters for phase contrast optical microscopy counting
  6-7: Positions of filters for measuring length and diameter of fibres; 8: Fibrecheck FC-2 air inlet

- 9: FM-7400 air inlet; 10: Prototype air inlet





Si pour un essai donné, les concentrations mesurées par les appareils sont uniques, plusieurs déterminations de la concentration en nombre de fibres sont réalisées. Ainsi, 5 filtres à membrane pour déterminer la concentration en nombre de fibres entourent les appareils pour les essais réalisés en usine, 6 pour les essais réalisés au laboratoire (ou éventuellement 4 lorsque le scintillateur n'était pas disponible pour ces mêmes essais).

Pendant les essais, l'humidité relative de l'air était relevée à l'aide d'un hygromètre Testo<sup>®</sup> 615. Les humidités relatives moyennes mesurées variaient de 33 à 55 % pour les essais réalisés dans l'usine produisant des fibres de céramique, de 31 à 39 % dans l'usine produisant les fibres de laitier, et étaient voisines de 50 % pour les essais réalisés dans la cellule à empoussièrement.

La durée des prélèvements était fonction des concentrations en nombre de fibres attendues. A titre d'indication, elle a varié de 30 à 153 minutes pour les différents essais.

## 1.3. Analyses

58

Sur les filtres Millipore<sup>®</sup>, les fibres ont été dénombrées par MOCP selon la norme X 43-269 [12]. Afin d'augmenter la précision des comptages, les critères d'arrêt ont été modifiés (100 fibres ou 200 champs au lieu de 100 fibres ou 100 champs). Les fibres prises en compte sont celles de longueur supérieure à 5  $\mu$ m et de rapport longueur sur diamètre supérieur à 3:1. Deux classes de fibres (en diamètre) ont été dénombrées : celles de diamètre inférieur à 3  $\mu$ m et celles de diamètre supérieur à 3  $\mu$ m.

La distribution en longueur et en diamètre des fibres a été déterminée sur les filtres Nuclépore<sup>®</sup> par microscopie électronique à balayage en suivant un protocole européen [13]. Le grossissement était de x 5 000 pour le chrysotile, et de x 2 000 pour les FMA.

# 2. Résultats

# 2.1. Essais préliminaires

Avant d'entreprendre la campagne d'essai telle que décrite précédemment pour tester les appareils, des essais préliminaires ont été conduits sur le FM-7400 dans la cellule à empoussièrement, où de l'amiante chrysotile était généré. Ces essais avaient pour but de comparer la concentration en f/ml mesurée par l'appareil à celle obtenue par la méthode du filtre à membrane. Il est très vite apparu que les concentrations mesurées par l'appareil étaient très inférieures à celles mesurées sur le filtre (d'un facteur 30 environ). À la suite d'une panne, l'appareil a été retourné au constructeur aux États-Unis. À son retour, des différences importantes subsistaient (d'un facteur 16 environ). Il a par ailleurs été montré que la concentration mesurée par MOCP dans la cellule à poussière était bien représentative de celle existant à l'intérieur de la cellule de mesurage de l'appareil. En effet, la concentration mesurée sur un filtre placé en sortie de l'appareil, au rejet de l'air, était identique à celle mesurée dans la cellule. Il a ainsi été décidé de renvoyer l'appareil chez le fabricant pour procéder à un nouveau calibrage, à l'issue duquel les essais ont été menés. Cet étalonnage a été effectué avec le réglage de la sensibilité en position haute.

Pour le Fibrecheck FC-2, les essais ont été conduits directement, sans autre réglage préliminaire, sur l'appareil prêté par le constructeur.

### 2.2. Calcul de la concentration en nombre de fibres mesurée par MOCP

À l'origine, il était prévu d'associer à chaque appareil les concentrations en nombre de fibres déterminées par MOCP sur les points de prélèvements les plus proches (trois pour les essais réalisés en usine, deux pour les essais réalisés au laboratoire). Il est néanmoins apparu que les concentrations mesurées autour de chaque appareil étaient suffisamment proches pour que cette distinction ne soit

TABLEAU I

RÉSULTATS DES CONCENTRATIONS MESURÉES EN MOCP (MOYENNE ET ÉTENDUE) LORS DES DIFFÉRENTS ESSAIS POUR DIFFÉRENTS TYPES DE FIBRES EN RELATION AVEC L'INDICATION DES APPAREILS FM-7400 ET FIBRECHECK FC-2

- MEAN VALUES AND RANGES OBTRAINED USING PHASE CONTRAST OPTICAL MICROSCOPY IN DIFFERENT TESTS FOR DIFFERENT TYPES OF FIBRES

COMPARED TO READINGS MADE BY FM-7400 AND FIBRECHECK FC-2 INSTRUMENTS

Concentration mesurée en MOCP (fibres/ml) $L > 5 \mu m$ $L > 5 \mu m$ ( <sup>2</sup> ) $D < 3 \mu m$ ( <sup>1</sup> )				Nbre de mes.	Indication FM-7400	L <sub>0</sub>	Indication Fibrecheck FC-2	Types de fibres
Moy.	Étendue	Moy.	Étendue	(3)	(fibres/ml)	(4)	(fibres/ml)	
0,25	0,19-0,30	0,31	0,22-0,37	10	0,203	3	0,068	Céramique
0,35	0,25-0,41	0,42	0,28-0,49	10	0,205	5	0,103	Céramique
0,17	0,11-0,20	0,20	0,17-0,24	10	0,087	3	0,060	Céramique
0,27	0,22-0,33	0,31	0,23-0,39	10	0,258	5	0,085	Céramique
0,21	0,17-0,25	0,25	0,21-0,29	10	0,206	3	0,065	Céramique
0,06	0,04-0,08	0,06	0,05-0,08	10	0,032	5	0,002	Céramique
0,05	0,04-0,06	0,06	0,04-0,07	10	0,061	3	0,003	Céramique
0,20	0,16-0,26	0,24	0,21-0,32	10	0,158	3	0,148	Laitier
0,12	0,08-0,16	0,15	0,09-0,20	10	0,124	5	0,009	Laitier
0,48	0,37-0,57	0,59	0,43-0,72	10	0,507	3	0,287	Laitier
0,53	0,46-0,60	0,59	0,49-0,70	10	0,406	5	0,213	Laitier
1,15	0,73-1,51	1,42	0,79-1,92	10	0,795	3	0,773	Laitier
0,59	0,44-1,08	0,71	0,49-1,18	10	0,418	5	0,147	Laitier
0,73	0,55-0,92	0,73	0,55-0,92	12	0,397	5	0,036	Chrysotile
0,68	0,40-1,22	0,68	0,40-1,22	12	0,360	5	0,060	Chrysotile
1,02	0,79-1,45	1,02	0,79-1,45	12	0,642	3	0,020	Chrysotile
0,94	0,65-1,34	0,94	0,65-1,34	12	0,678	3	0,088	Chrysotile
0,23	0,16-0,32	0,23	0,16-0,32	8	0,153	5	0,014	Chrysotile
0,24	0,09-0,36	0,24	0,09-0,36	8	0,126	3	0,021	Chrysotile
0,51	0,43-0,63	0,51	0,43-0,63	8	0,346	3	0,005	Chrysotile
0,42	0,29-0,51	0,42	0,29-0,51	8	0,300	5	0,016	Chrysotile
0,68	0,57-0,79	0,68	0,57-0,79	8	0,419	5	0,016	Chrysotile
0,55	0,44-0,68	0,55	0,44-0,68	8	0,410	3	0,008	Chrysotile

MOCP : Microscopie optique à contraste de phase. Nbre de mes. : nombre de mesures.

(1) Les fibres dénombrées sont celles de longueur supérieure à 5 μm et de diamètre inférieur à 3 μm.
 (2) Les fibres dénombrées sont celles de longueur supérieure à 5 μm, quel que soit leur diamètre.

(4) Les fibres dénombrées sont celles de longueur supérieure à 5 µm, quel que soit leur diamètre. (4) Les nombre de mesures correspond au double du nombre de prélèvements, car chaque filtre a été compté par deux opérateurs.

(<sup>4</sup>) Indication du seuil de coupure en longueur sélectionné pour l'appareil FM-7400.

pas nécessaire. À titre indicatif, les moyennes des concentrations mesurées autour de chaque appareil pour les prélèvements réalisés dans l'industrie des FMA pour l'ensemble des essais étaient de : 0,34 ; 0,36 et 0,35 f/ml. Pour le FM-7400 et le Fibrecheck FC-2, ces mêmes valeurs pour les prélèvements réalisés au laboratoire étaient de 0,58 et 0,60 f/ml.

Il a ainsi été décidé d'associer l'ensemble des déterminations de la concentration en nombre de fibres mesurées par MOCP à chaque appareil. Les comptages ayant été effectués par deux compteurs, ce sont ainsi 10 valeurs qui ont servi aux calculs pour les prélèvements réalisés en usine, 12 pour les prélèvements réalisés au laboratoire (8 pour les essais réalisés sans le scintillateur). Lors de deux essais, les valeurs des concentrations mesurées en MOCP étaient particulièrement faibles (0,01 f/ml) par rapport aux résultats des autres prélèvements. Ces valeurs n'ont pas été prises en compte dans l'analyse des résultats, l'hypothèse étant faite que ces anomalies étaient probablement dues à une mauvaise connexion de la pompe aux têtes de prélèvement.

## 2.3. Résultats

Le *tableau I* rassemble les résultats des concentrations mesurées en microscopie optique à contraste de phase (moyenne et étendue) pour les différents essais. Sont également indiquées dans ce tableau les valeurs mesurées par les deux appareils (Fibrecheck FC-2 et FM-7400), ainsi que la nature des fibres échantillonnées.

La *figure 4* présente la moyenne des résultats de mesures de la concentration en nombre de fibres mesurée par MOCP pour les fibres de diamètre inférieur à  $3 \ \mu m$  en fonction de l'indication donnée par le FM-7400.

Le fabricant du FM-7400 craignait que l'appareil sous-estime la concentration en nombre de fibres pour les prélèvements réalisés dans l'industrie des FMA dans la mesure où l'appareil avait été calibré avec des fibres d'amiante. Il avait conseillé dans ce cas, de régler la coupure en longueur de façon à ce que les fibres de longueur supérieure à 3 µm soient prises en compte. À la suite de cette remarque, il a été décidé de faire varier lors des essais la coupure en longueur alternativement à 3 et 5 µm, aussi bien pour les prélèvements de FMA que pour les prélèvements de chrysotile. C'est la raison pour laquelle la figure 4 présente les relations obtenues sous ces deux conditions, aussi bien pour les FMA que pour le chrysotile.

La *figure 5* présente les mêmes résultats obtenus avec le Fibrecheck FC-2. Comme il n'est pas possible avec cet appareil de régler le seuil de coupure en longueur, le partage entre résultats obtenus pour les fibres de longueur supérieure à 3 ou 5  $\mu$ m n'a pas lieu d'être.

Fig. 4. Concentration mesurée par MOCP (fibres de diamètre inférieur à 3 µm) en fonction de la réponse du FM-7400 pour différents seuils de coupure en longueur (3 et 5 µm) et différents types de fibres (FMA et chrysotile)

- Concentrations of fibres of less than 3 microns in diameter measured by phase contrast optical microscopy as a function of FM-7400 response for different length discrimination thresholds (3 and 5 microns) and different types of fibres (MMMF and chrysotile)

> Fig. 5. Concentration mesurée par MOCP (fibres de diamètre inférieur à 3 µm) en fonction de la réponse du Fibrecheck FC-2 pour les FMA et le chrysotile

 Concentrations of fibres of less than 3 microns in diameter measured by phase contrast optical microscopy as a function of Fibrecheck FC-2 response for different types of fibres (MMMF and chrysotile)













Fig. 8. Concentration mesurée par MOCP (fibres de diamètre inférieur à 3 µm) en fonction de la réponse du FM-7400 ou du Fibrecheck FC-2 pour le chrysotile - Concentrations of fibres of less than 3 microns in diameter measured by phase

contrast optical microscopy as a function of FM-7400 and Fibrecheck FC-2 response for chrysotile

> Fig. 9. Concentration mesurée par MOCP (fibres de diamètre inférieur à 3 µm) en fonction de la réponse du FM-7400 ou du Fibrecheck FC-2 Pour les FMA - Concentrations of fibres of less than 3 microns

in diameter measured by phase contrast optical microscopy as a function of FM-7400 and Fibrecheck FC-2 response for MMMF



61

Les *figures 6 et 7* sont identiques dans leur contenu aux figures 4 et 5, la seule différence tient au fait que la concentration en nombre de fibres mesurée par MOCP a été déterminée en incluant également dans le dénombrement les fibres dont le diamètre est supérieur à 3 µm.

Les *figures 8 et 9* présentent la relation entre la concentration mesurée en MOCP (fibres de diamètre inférieur à 3  $\mu$ m) pour les deux appareils à lecture directe. La figure 8 concerne le chrysotile, la figure 9 les FMA. Ces deux graphes rassemblent par type de fibres les résultats présentés sur les figures 4 et 5. Pour l'appareil FM-7400, les essais correspondant à des coupures différentes en longueur (3 et 5  $\mu$ m) ont été rassemblés. La dispersion des mesures de la concentration en nombre de fibres par MOCP est figurée sur ces graphiques par le report d'une barre d'erreur, représentant plus ou moins un écart type.

Le *tableau II* donne, pour l'ensemble des droites de régression tracées sur les figures précédentes, la pente de la droite associée à son intervalle de confiance à 95 %, l'ordonnée à l'origine ainsi que le nombre d'essais réalisés. Les pentes ont été calculées en utilisant le logiciel de régression multiple de Statgraphics<sup>®</sup> (version 5.2). Comme la dispersion des mesures dépend de la concentration (cf. notamment figs 8 et 9), dans le calcul des droites de régression, chaque point a été pondéré par l'inverse de la variance des 8, 10 ou 12 mesures, suivant le cas.

Le diamètre moyen géométrique et la longueur moyenne géométrique qui permettent de caractériser la distribution en diamètre et longueur des fibres prélevées, ainsi que les écarts types géométriques correspondants, figurent dans le *tableau III* et, sous forme d'histogrammes, sur les *figures 10 et 11.* 

Fig. 10. Distribution en longueur et diamètre des fibres de chrysotile - Length and diameter distribution of chrysotile fibres

#### TABLEAU II

ÉQUATIONS DES DROITES DE RÉGRESSION RELIANT LA CONCENTRATION EN NOMBRE DE FIBRES MESURÉES PAR MOCP À CELLES MESURÉES PAR LES DIFFÉRENTS APPAREILS À LECTURE DIRECTE POUR LES FMA ET LES FIBRES DE CHRYSOTILE

- EQUATIONS OF REGRESSION LINES LINKING CONCENTRATIONS OF MAN-MADE MINERAL FIBRES (MMMF) AND CHRYSOTILE FIBRES MEASURED BY PHASE CONTRAST

OPTICAL MICROSCOPY TO THOSE MEASURED BY DIFFERENT DIRECT READING INSTRUMENTS

Paramètres de mesurage	Comptage de diamèt Pente de la droite (IC 95)	<b>des fibres</b> re < 3 μm Ordonnée à l'origine	Comptage quel que soit Pente de la droite (IC 95)	des fibres leur diamètre Ordonnée à l'origine	Nbre d'essais
FM-7400 ; FMA, I > 3 µm	1,18 (0,71 - 1,66)	- 0,02	1,46 (0,82 - 2,10)	- 0,02	7
FM-7400 ; FMA, I > 5 μm	1,14 (0,73 - 1,55)	0,02	1,32 (0,89 - 1,76)	0,02	6
FM-7400 ; FMA, I > 3 et I > 5 µm	1,16 (0,90 - 1,43)	0,00	1,35 (1,04 - 1,67)	0,00	13
FM-7400 ; Chrysotile, I > 3 µm	1,30 (0,86 - 1,75)	0,06	1,30 (0,86 - 1,75)	0,06	5
FM-7400 ; Chrysotile, I > 5 µm	1,77 (1,16 - 2,38)	- 0,05	1,77 (1,16 - 2,38)	- 0,05	5
FM-7400 ; Chrysotile, I > 3 et I > 5 µm	1,46 (1,17 - 1,76)	0,02	1,46 (1,17 - 1,76)	0,02	10
Fibrecheck FC-2 ; FMA	1,81 (1,31 - 2,32)	0,06	2,03 (1,39 - 2,67)	0,06	13

IC 95 : intervalle de confiance à 95 %

TABLEAU III

#### DIAMÈTRE MOYEN GÉOMÉTRIQUE, LONGUEUR MOYENNE GÉOMÉTRIQUE ET ÉCARTS TYPES CORRESPONDANTS POUR LES AÉROSOLS DE CHRYSOTILE ET DE FMA

- MEAN GEOMETRICAL DIAMETER, MEAN GEOMETRICAL LENGTH AND ASSOCIATED STANDARD DEVIATIONS FOR CHRYSOTILE AND MMME AEROSOLS

Types Diamètre moyen Écart type Longueur moyenne Écart type de fibres géométrique (µm) géométrique géométrique (µm) géométrique Chrysotile 0,17 2,25 1.50 1.62 2,60 FMA 1.66 2.25 26.4





# 3. Discussion

62

Si l'on regarde la figure 4, on peut constater que pour l'appareil FM-7400, il existe une bonne relation entre la concentration en nombre de fibres indiquée par l'appareil et la concentration mesurée par MOCP pour les FMA. Il en est de même pour le chrysotile avec toutefois une sousestimation plus marquée. Si l'on prend en compte la longueur des fibres (longueur supérieure à 3 ou 5 µm), l'effet discriminant, s'il existe, est faible pour les FMA, plus sensible pour les fibres de chrysotile. Ceci est tout à fait cohérent avec la distribution en taille de ces fibres (cf. figs 10 et 11) : contrairement à l'aérosol de chrysotile, très peu de FMA ont une longueur comprise entre 3 et 5 µm.

En ce qui concerne la figure 6, aucune sélection sur le diamètre des fibres n'a été introduite lors du dénombrement par MOCP (à l'exception bien sûr des fibres dont le diamètre est trop petit pour qu'elles soient détectées). Les relations obtenues pour les fibres de chrysotile sont exactement les mêmes que précédemment, ce qui est logique puisque, dans ce cas, la proportion de fibres de diamètre supérieur à 3 micromètres est extrêmement faible. Lors du comptage des filtres, aucune fibre de chrysotile n'a été dénombrée dans cette classe de diamètre. Pour les FMA, l'effet observé correspond à la présence dans l'aérosol d'une proportion notable de fibres de diamètre supérieur à  $3 \ \mu m$  qui sont maintenant comptabilisées lors du comptage par MOCP (cf. figs 10 et 11). Ceci a pour conséquence de rapprocher les droites de régression obtenues pour les FMA et le chrysotile et suggère ainsi que la réponse de l'appareil serait dans une certaine mesure, dans la limite des fibres étudiées, indépendante de la nature de la fibre.

Les effets plus marqués (observés entre les différents types de fibres lorsque seules les fibres de diamètre inférieur à 3 µm sont prises en compte lors du dénombrement par MOCP) pourraient peut-être être réduits par l'utilisation d'un sélecteur de taille des particules approprié, placé à l'entrée de l'appareil.

En ce qui concerne le Fibrecheck FC-2, on observe également une relation entre l'indication de l'appareil et la concentration mesurée par MOCP pour les FMA (cf. fig. 5). Pour ce qui est des fibres de chrysotile, il apparât qu'elles ne sont que très imparfaitement détectées, ce qui rend illusoire la recherche d'une relation entre l'indication de l'appareil et la concentration mesurée par MOCP. La prise en compte lors du comptage en MOCP des fibres, quel que soit leur diamètre, produit les mêmes effets que ceux précédemment décrits (cf. fig. 7).

Les figures 8 et 9 permettent une comparaison plus aisée de la réponse des deux appareils à lecture directe. Pour l'appareil FM-7400, des droites moyennes ont été tracées, en incluant à la fois les résultats obtenus avec les seuils de coupure en longueur à 3 ou 5  $\mu$ m. Les barres d'erreurs (moyenne ± écart type) situent la dispersion des mesures par MOCP, dispersion aussi bien spatiale que liée à la variabilité entre compteurs. La différence dans la réponse des deux appareils est évidente pour un aérosol de chrysotile. Elle semble également nette pour les FMA, même si on ne peut pas exclure formellement que les pentes, dans ce cas, ne soient pas significativement différentes (à cause du nombre limité de mesures et de la dispersion des points ; cf. tableau I).

Si l'on examine les caractéristiques dimensionnelles des fibres utilisées pendant les essais (cf. tableau III, figs 10 et 11), il apparaît des différences importantes entre le chrysotile et les FMA. Les FMA sont caractérisées par des fibres plutôt longues (longueur moyenne géométrique : 26,4 µm), avec une faible proportion de fibres de longueur inférieure à 5 µm. À l'opposé, les fibres de chrysotile sont plutôt courtes (longueur moyenne géométrique =  $2,25 \mu m$ ), avec une faible proportion de fibres de longueur supérieure à 5 µm. L'aérosol de chrysotile est particulièrement fin, permettant ainsi de tester les appareils dans des conditions limites (compatibles néanmoins avec une évaluation de la concentration en nombre de fibres par MOCP). Cette particularité de l'aérosol de chrysotile explique probablement les difficultés de réglage du FM-7400 et la très mauvaise détection du Fibrecheck FC-2. Sur ce point, il faut signaler que le constructeur a pu modifier après ces essais le réglage du Fibrecheck FC-2, qui dans ces conditions, a mesuré pour le chrysotile des concentrations voisines de celles obtenues par le FM-7400.

D'autres essais ont été publiés, qui montrent une corrélation positive (r = 0.68)entre les mesures du Fibrecheck-FC2 et la méthode du filtre à membrane [14]. Il s'agit de données de terrain, dont la particularité est de concerner des situations de faibles pollutions ; 94 % des données étaient inférieures à la limite de détection de la MOCP (0,01 fibres/ml), 2 concentrations seulement sur 255 étant supérieures à 0,1 f/ml. Ceci constitue une limite importante du test, soulignée d'ailleurs par les auteurs (pour évaluer correctement l'aptitude de l'appareil à mesurer une concentration en nombre de fibres, ne faut-il pas des fibres à mesurer ?). En ce qui concerne le FM-7400, il semble que ce sont les versions les plus anciennes, FAM-1 et FAM-2, qui ont été les plus étudiées. L'appareil a été testé par comparaison avec des comptages effectués par microscopie optique dans différentes situations (protection ou rénovation d'un flocage, ambiance dans un local floqué, usinage de garnitures de frein) [15]. Un accord raisonnable a été trouvé entre les deux méthodes, spécialement pour les concentrations élevées. Une moins bonne corrélation a été mise en évidence dans une usine d'amiante-ciment. Une autre étude est plus critique. Le jugement est bon pour des comparaisons effectuées au laboratoire, mais plus mesuré pour des études de terrain [16].

Enfin, certains recommandent l'utilisation du FAM-1 comme méthode de « screening » pour l'évaluation de la concentration en fibres d'amiante, mais excluent qu'il puisse remplacer la méthode conventionnelle du filtre à membrane avec comptage des fibres par MOCP, pour des contrôles réglementaires [17].

### CONCLUSION

Les résultats présentés constituent une première approche dans l'étude des appareils à lecture directe, dédiés au mesurage de la concentration en nombre de fibres. Ils ont été conduits sur le terrain dans l'industrie productrice de FMA (fibres de céramique et fibres de laitier) et pour des raisons évidentes, au laboratoire sur du chrysotile généré dans une cage à empoussièrement.

Dans l'industrie des fibres minérales artificielles, les concentrations mesurées par microscopie optique à contraste de phase (MOCP) sont bien corrélées aux indications données par les appareils. Les deux appareils ont tendance à sous-estimer la concentration mesurée par MOCP, plus nettement pour le Fibrecheck-FC-2 que le FM–7400. Cette minoration est encore accentuée lorsque toutes les fibres, quel que soit leur diamètre, sont prises en compte dans le dénombrement de fibres par MOCP.

Pour le chrysotile seul, le FM-7400, après plusieurs réglages préliminaires, a donné des résultats satisfaisants. Il est apparu, à la fin des essais, que la modification des réglages du Fibrecheck FC-2 pouvait donner une réponse satisfaisante pour le même aérosol. Ici encore, par rapport à la méthode conventionnelle du filtre à membrane, la tendance est à la sous-estimation.

En ce qui concerne le FM-7400, il semble que la coupure en longueur des fibres comptées (supérieure à 3 ou 5  $\mu$ m)

n'influe pas sur le résultat pour les FMA ; ce qui est cohérent, dans ce cas, avec la granulométrie des fibres générées. L'effet est plus marqué lorsque l'aérosol généré est le chrysotile ; ce qui est en accord, là aussi, avec les caractéristiques dimensionnelles des fibres.

À l'issu de cette étude, il apparaît que ces appareils sont simples et rapides à mettre en œuvre. Mais, dans l'état initial dans lequel ils sont livrés par le constructeur, ils peuvent fournir des réponses complètement erronées, pour certains types d'aérosols. Plusieurs recalibrages ou réglages par le constructeur ont été nécessaires pour chacun des appareils pour obtenir des résultats satisfaisants pour l'amiante chrysotile. Il sera donc nécessaire de vérifier l'aptitude de ces appareils à détecter les fibres dont on cherche à évaluer la concentration dans l'air, en particulier dans le cas d'aérosols fins. Pour une mesure plus précise qu'une simple évaluation, un étalonnage de ces appareils par rapport à la méthode conventionnelle (MOCP) apparaît indispensable.

Malheureusement, ce type de vérification et d'étalonnage n'est pas toujours accessible à l'utilisateur et pourra demander le concours d'un laboratoire spécialisé.

Du fait de l'intérêt de ces appareils en matière de prévention (analyse rapide et en continu, relativement peu coûteuse), il apparaît souhaitable que les constructeurs puissent fournir les méthodes de vérification et d'étalonnage nécessaires à leur mise en œuvre.

Cette étude sera poursuivie pour étudier l'influence du degré hygrométrique de l'air et, si possible, de la charge en particules isométriques sur le mesurage de la concentration en nombre de fibres. La gamme des fibres étudiées sera étendue aux fibres de verre.

Article reçu en mars 1999, accepté en juillet 1999

#### **BIBLIOGRAPHIE**

1. GÖRNER P., FABRIES J.F. - Techniques de mesure automatique des aérosols atmosphériques. *Cahiers de Notes Documentaires - Hygiène et sécurité du travail, 1990, 140, ND 1794, pp. 595-626.* 

2. MIE G. - A contribution to the optics of turbid media, especially colloidal metallic suspensions. *Annales de Physique, 1908, 25, 4, pp. 377-445.* 

3. KERKER M., MATIJEVIC E. - Scattering of electromagnetic waves from concentric infinite cylinders. *Journal of Optical Society of America, 1961, 51, p. 506.* 

4. LILIENFELD P., ELTERMAN P.B., BARON P. -Development of a prototype fibrous aerosol monitor. *American Industrial Hygiene Association Journal*, 1979, 40, pp. 270-282.

5. LILIENFELD P. - Light scattering from oscillating fibers at normal incidence. *Journal of Aerosol Science, 1987, 18, 4, pp. 389-400.* 

6. CLUFF D.L., PATITSAS A.J. - Size characterisation of asbestos fibers by means of electrostatic alignment and light-scattering techniques. *Aerosol Science and Technology*, 1992, 17, pp. 186-198.

7. TIMBRELL V. - Alignment of respirable asbestos fibres by magnetic fields. Annals of Occupationnal Hygiene, 1975, 18, pp. 299-311.

8. PRODI V., DE ZAIACOMO T., HOCHRAINER D., SPURNY K. - Fibre collection and measurement with the inertial spectrometer. *journal of Aerosol Science*, *1982, 13, 1, pp. 49-58.* 

9. ROOD A.P., WALKER E.J., MOORE D. -Construction of a portable fiber monitor measuring the differential light scattering from aligned fibers. *Aerosol Science and Technology, 1992, 17, pp. 1-8.*  10. BARON P.A. - Measurement of asbestos and other fibers. In : WILLEKE K., BARON P.A. (éds) - Aerosol measurement. Principles, techniques and applications. *New York, Van Nostrand Reinhold, 1993, 876 p.* 

11. RIHN B., KAUFFER E., MARTIN P., COULAIS C., VILLA M., BOTTIN M.C., VIGNERON J.C., EDORH A., MARTINET N. – Short-term crocidolite inhalation studies in mice : validation of an inhalation chamber. *Toxicology*, 1996, 109, pp. 147-156.

12. X 43-269 – Détermination de la concentration en nombre de fibres par microscopie optique en contraste de phase – Méthode du filtre à membrane. *Paris - La Défense, AFNOR, déc. 1991.* 

13. WHO Environmental Health n° 4 – Reference methods for measuring airborne Man-made mineral fibres. Copenhague (Regional Office for Europe), OMS, 1985, 55 p.

14. Table of results from the « fibrecheck » fieldtrials carried out to compare its performance to that of the accepted method for determining airborne asbestos fibre concentration. *Cramlington, Independent Environmental Services – Analysts and Consultants, 50, 8 p.* 

15. DROZ P.O. - Some field experience with a fibrous aerosol monitor. In : fourth international Colloquium on dust measuring technique and strategy. *Edinburgh*, 20-23 sept. 1982, Proceedings, pp. 199-208.

16. ILES P.J., SHENTON-TAYLOR T. - Comparison of a fibrous aerosol monitor (FAM) with the membrane filter method for measuring asbestos concentrations. Annals of Occupationnal Hygiene, 1986, 30, 1, pp. 77-87.

17. PHANPRASIT W., ROSE V.E., OESTENSTAD R.K. - Comparison of the fibrous aerosol monitor and the optical fiber count technique for asbestos measurement. *Applied Industrial Hygiene*, *1988*, *3*, *1*, *pp. 28-33*.