

LA METROLOGIE DES EMPOUSSIERAGES

D. LAFON - O. BLANCHARD - A. NONAT

INERIS

Nous avons décrit l'aspect pathologique des poussières minérales, il est nécessaire d'étudier les méthodes disponibles pour les prélever dans l'atmosphère. Ces prélèvements auront deux buts :

- évaluer l'exposition des personnels afin de les protéger. L'objectif sera de s'assurer que ces personnes sont exposées à des concentrations atmosphériques inférieures à une valeur limite, considérée comme sans danger pour la santé.
- servir de base à des études épidémiologiques pour évaluer quel est l'effet de telle poussière à telle concentration. Ces données sont indispensables en amont pour évaluer le risque d'un produit toxique quel qu'il soit.

Dans les deux cas, il sera nécessaire de disposer de méthodes fiables, aussi bien pour les prélèvements que pour les analyses, reproductibles et standardisées afin que chacun parle de la même chose et que toutes les études soient comparables entre elles.

C'est ainsi que, dans le domaine des poussières minérales, des progrès importants ont été faits ces dernières années au niveau de la normalisation.

De nombreuses normes sont sorties depuis 10 ans :

- pour la définition des fractions de taille pour le mesurage des particules :

- Norme Européenne EN 481 : « atmosphère des lieux de travail - Définition des fractions de taille pour le mesurage des particules. Norme AFNOR X 43-276 Novembre 93.
- Norme ISO 7708 - Mai 1996 : « définition des fractions de taille des particules pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé ». Norme AFNOR X 43-100 Mai 96.

Note : pour les particules de diamètre aérodynamique inférieur à $0,5 \mu$, il convient d'utiliser le diamètre de diffusion à la place du diamètre aérodynamique. Le diamètre de diffusion d'une particule est le diamètre d'une sphère possédant le même coefficient que celui de la particule, dans les mêmes conditions de température, de pression et d'humidité relative.

- **fraction inhalable** : fraction massique des particules totales en suspension dans l'air inhalé par le nez et la bouche.

Note : la fraction inhalable dépend de la vitesse et de la direction de l'air, de la fréquence respiratoire et d'autres facteurs.

- **convention inhalable** : spécification cible pour les instruments d'échantillonnage lorsque la fraction inhalable est la fraction intéressante.

- **fraction extrathoracique** : fraction massique des particules inhalées qui ne peuvent pas pénétrer au-delà du larynx.

- **convention extrathoracique** : spécification cible pour les instruments d'échantillonnage lorsque la fraction extrathoracique est la fraction intéressante.

- **fraction thoracique** : fraction massique des particules inhalées pénétrant au-delà du larynx.

- **convention thoracique** : spécification cible pour les instruments d'échantillonnage lorsque la fraction thoracique est la fraction intéressante.

- **fraction trachéobronchique** : fraction massique des particules inhalées qui pénètrent au-delà du larynx, mais qui ne peuvent pas pénétrer dans les voies aériennes non ciliées.

- **convention trachéobronchique** : spécification cible pour les instruments d'échantillonnage lorsque la fraction trachéobronchique est la fraction intéressante.

- **fraction alvéolaire** : fraction massique des particules inhalées qui pénètrent dans les voies aériennes non ciliées.

- **convention alvéolaire** : spécification cible pour les instruments d'échantillonnage lorsque la fraction alvéolaire est la fraction intéressante.

- **particules totales en suspension dans l'air** : toutes les particules en suspension dans un volume donné d'air.

Note : du fait que tous les appareils de mesure sont dans une certaine limite sélectifs en taille de particules, il est souvent impossible de mesurer la concentration en particules totales en suspension dans l'air.

Comme l'exprime la norme EN 481 « atmosphère des lieux de travail - Définition des fractions de taille pour le mesurage des particules », des approximations et des hypothèses sont inévitables lorsque l'on cherche à simuler par des conventions d'échantillonnage les interactions très complexes entre les variables qui gouvernent l'entrée et la pénétration des particules dans les voies respiratoires.

Les conventions ne sont nécessairement que des approximations du comportement des voies respiratoires, et les hypothèses suivantes sont particulièrement importantes :

- la fraction inhalable dépend du mouvement de l'air - vitesse et direction - de la fréquence respiratoire et du mode de respiration : par le nez ou par la bouche. Les valeurs se rapportant à la convention inhalable sont données pour des valeurs représentatives de la fréquence respiratoire, et sont moyennées pour toutes les directions du vent. Ceci est adapté à une personne uniformément exposée à toutes les directions du vent, ou de manière prédominante à un vent de côté ou de l'arrière. Néanmoins, la convention sous-estime habituellement la fraction inhalable de plus grosses particules pour une personne qui ferait généralement face au vent, notamment si les vitesses du vent excèdent 4 m.s^{-1} .

- les fractions alvéolaire et thoracique varient d'une personne à l'autre et avec le régime respiratoire ; les conventions ne sont donc nécessairement que des approximations pour le cas moyen.

- chaque convention s'approche de la fraction qui pénètre dans une région, et non de la fraction qui s'y dépose. En général, les particules doivent se déposer pour avoir un effet biologique. A cet égard, les conventions conduiront à une surestimation de l'effet biologique potentiel. L'exemple le plus important est celui de la convention alvéolaire qui surestime la fraction des très fines particules qui se déposent dans les voies respiratoires non ciliées, puisqu'une fraction de ces particules est expirée sans être déposée. Dans de nombreux lieux de travail, ces très petites particules ne contribuent pas beaucoup à la masse échantillonnée.

- la convention thoracique s'approche de la fraction thoracique pour une respiration par la bouche, qui est plus élevée que pour une respiration par le nez. La convention extrathoracique peut, de ce fait, sous-estimer le « pire cas » de la fraction extrathoracique, correspondant à une respiration par le nez.

II - LES APPAREILS.

A - *Schéma général d'un appareil de mesurage des poussières en hygiène industrielle.*

Il existe un très grand nombre d'appareils de prélèvements de poussières, caractérisés suivant leurs propriétés à mesurer telle ou telle fraction granulométrique, à donner une lecture directe ou non, à permettre une analyse chimique ultérieure. Dans cet exposé, nous n'aborderons pas les appareils à lecture directe et nous nous intéresserons uniquement aux appareils qui font un prélèvement dans lequel ils séparent la fraction intéressante qui est recueillie sur une surface de collecte (filtre, mousse en polyuréthane,...).

Chacun de ces appareils sera composé :

- d'un capteur ou tête de prélèvement,
- d'un sélecteur,
- d'un support de rétention,
- d'un organe provoquant la circulation de l'air dans ce qui précède.

B - Principaux appareils utilisables.

1 - Appareils individuels.

Il s'agit d'appareils qui pourront être portés par la personne dans sa zone respiratoire, qui est définie comme l'intérieur d'un hémisphère (généralement de rayon 30 cm) s'étendant devant la face de la personne et centrée sur le milieu du segment qui joint les deux oreilles ; la base de cet hémisphère est le plan passant par ce segment, le sommet de la tête et le larynx.

a/ La cassette porte-filtre utilisant des membranes microporeuses de diamètre 25 ou 35 mm décrites dans la norme AFNOR X 43-257. L'entrée de l'air se fait à travers un orifice de 4,1 mm. Au débit de 1 l/min, on aspire à travers ce trou la fraction inhalable et on la recueille aussitôt.

Cependant, des pertes sont certaines entre l'orifice et la membrane de recueil. Ce système est d'origine américaine. La petite cassette porte-filtre est placée dans la zone respiratoire du travailleur, par exemple accrochée au revers de sa veste, et un tuyau la relie à une pompe autonome portée à la ceinture.

.../...

b/ La cassette avec cyclone de 10 mm.

On ajoute en amont de la cassette décrite ci-dessus, un minicyclone qui agit comme un séparateur sur la fraction inhalable de sorte que seule la fraction alvéolaire passe et soit captée par la membrane.

Cet ensemble est décrit dans la norme NF X 43-259.

Pour que le cyclone fasse correctement son travail, le débit aspiré doit être de 1,7 l/min. Cet ensemble se porte comme le précédent, mais il est plus volumineux. C'est l'appareil universellement utilisé dans les pays anglo-saxons.

***c/ Le CIP 10 ou système portatif à coupelle rotative.
(figure 2).***

Décrit dans la norme NF X 43-262, il est l'alternative à la technologie cassette dont il se distingue d'abord par sa meilleure acceptabilité. C'est, en effet, un appareil compact pesant 300 g. que l'on met facilement dans une poche de poitrine, ou que l'on porte grâce à un baudrier. Son autonomie atteint 30 heures. De plus, il recueille sur son support de rétention la fraction de dépôt alvéolaire. Sa tête de prélèvement est munie d'une fente annulaire d'aspiration qui prélève la fraction inspirable, laquelle est débarrassée de ses parties extrathoracique et trachéobronchique par un système d'impact sur mousse. Il est possible de remplacer ce séparateur par un tuyau et on recueille alors, sur le support de rétention, la fraction inhalable. Le débit aspiré à travers l'appareil est de 10 l/min.

2 - Appareils utilisables à point fixe.

a/ Les systèmes à cassette avec porte-filtre.

Ils s'inspirent de ceux décrits ci-dessus. Les schémas généraux de leur montage sont donnés dans la norme NF 43 261. Les débits de prélèvements sont plus importants que pour les appareils pour prélèvements individuels, jusqu'à 25 m³/heures pour certains.

b/ Le CPM3, appareil à coupelle rotative.

Cet appareil est le grand frère du CIP 10. Le débit passe à 3 m³/h pour un poids d'appareil de 3 kg y compris les batteries d'alimentation qui lui assurent une autonomie de 10 heures. La coupelle rotative a un diamètre inférieur de 70 mm. Dans sa configuration de base, le séparateur de l'appareil est constitué d'un cyclone de sorte que l'on recueille sur la mousse la fraction de dépôt alvéolaire. Il est possible d'enlever ce cyclone et on prélève alors la fraction inhalable de l'aérosol ambiant. Contrairement aux autres méthodes, cet appareil n'est pas normalisé.

.../...

c/ Le CIP 10.

Il est tout à fait possible d'utiliser le CIP 10 à poste fixe.

III - LES ANALYSES.

Une fois les poussières minérales prélevées sur des mousses ou des membranes, il peut être nécessaire de les analyser. Nous nous attarderons surtout sur les silices cristallines et notamment le quartz. De nombreuses méthodes analytiques sont utilisées de par le monde, mais deux dominent nettement : diffractométrie de rayons X et la spectrométrie IRTF. La première est actuellement normalisée en France (norme AFNOR X 43-296 et 295), la deuxième est en cours de normalisation. Les exercices d'intercomparaison qui ont eu lieu au niveau européen montrent une fiabilité correcte de ces deux méthodes. La spectrométrie IRTF présente cependant divers avantages tels que la détection des composés amorphes, un étalonnage stable dans le temps, une limite de détection plus faible, une meilleure adaptation à l'analyse sur mousse.

IV - L'AMIANTE ET LES FIBRES MINÉRALES DE SYNTHÈSE.

Le prélèvement atmosphérique et l'analyse des fibres d'amiante et des fibres minérales de synthèse sont également normalisés depuis peu et peuvent s'effectuer de deux manières.

Une première méthode permet de déterminer la concentration en nombre de fibres par microscopie optique en contraste de phase - méthode du filtre à membrane (Norme AFNOR X 43-269).

Cette méthode s'applique à l'échantillonnage et à l'évaluation d'échantillons pour déterminer l'exposition des individus aux fibres sur les lieux de travail, et évaluer l'efficacité des systèmes de prévention collective. Elle ne permet pas d'identifier ni la composition, ni les caractéristiques de certains types de fibres et son utilisation doit se limiter à l'air des lieux de travail où les fibres inorganiques prédominent. Sur la base des paramètres spécifiés dans la méthode, la limite inférieure dans les meilleures conditions de détection pour un prélèvement de 8 heures est de 0,01 fibre/cm³ ; toutefois, la limite pratique est souvent 0,1 fibre/cm³. Le principe de la méthode repose sur l'aspiration d'un volume d'air déterminé au travers d'une membrane au moyen d'une pompe alimentée par batterie. Les fibres sont dénombrées à l'aide d'un microscope optique à contraste de phase. Le résultat est exprimé en nombre de fibres par cm³ d'air, calculé à partir du nombre de fibres déposées sur le filtre et du volume d'air échantillonné. Le débit est réglé à 1 litre/minute. Les critères de comptage sont décrits de manière précise dans la norme. On comptera deux classes de fibres : celles dont le diamètre est inférieur à 3 µm, celles dont le diamètre est supérieur à 3 µm. On ne comptera que les fibres de longueur supérieure à 5 µ et de rapport Longueur / Diamètre > à 3.

.../...

Une deuxième méthode permet de déterminer les concentrations en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission (Norme NF X 43-050). Elle s'applique à la mesure de l'amiante en suspension dans l'air ambiant pour un nombre varié de situations, y compris les atmosphères intérieures des bâtiments, et à l'évaluation précise de toute atmosphère dans laquelle il est possible de trouver des fibres d'amiante. La limite de détection est 1 fibre / litre.

Le principe consiste à recueillir un échantillon de particules en aspirant un volume déterminé d'air à travers un filtre en mélange d'esters de cellulose, au moyen d'une pompe alimentée sur le secteur ou par batterie. Pour la préparation des échantillons pour le microscope électronique à transmission, le filtre ou une partie du filtre est entièrement calciné. Les particules sont récupérées dans de l'eau puis filtrées sur un filtre en polycarbonate préalablement recouvert d'une couche de carbone. Après filtration, une deuxième couche de carbone est déposée sur le filtre de telle sorte que les fibres ou particules soient situées entre ces deux couches. Un procédé d'extraction au solvant permet de dissoudre le filtre en polycarbonate et de recueillir les fibres et particules sur des grilles pour observation au microscope électronique à transmission.

Les grilles sont examinées à faible et fort grossissements pour s'assurer qu'elles conviennent pour l'analyse avant d'effectuer une évaluation quantitative des fibres dans les ouvertures de grilles choisies au hasard. En microscopie électronique à transmission, on utilise la diffraction électronique (DE) pour examiner la structure cristalline d'une fibre, et sa composition élémentaire est déterminée par une analyse en dispersion d'énergie des rayons X (EDXA). Pour un certain nombre de raisons, il n'est pas possible d'identifier sans équivoque chaque fibre, et les fibres sont classées en fonction des techniques qui ont été utilisées pour les identifier. On utilise un code simple pour indiquer pour chaque fibre la manière selon laquelle elle a été identifiée. La méthode de classification des fibres est basée sur un examen successif de la morphologie, du diagramme de microdiffraction électronique ainsi que des analyses qualitatives et quantitatives en dispersion d'énergie des rayons X.

En plus de fibres isolées, les échantillons d'air ambiant contiennent souvent des agrégats plus complexes de fibres, associés ou non à des particules. Certaines particules sont composées de fibres d'amiante associées à d'autres matériaux. Les fibres individuelles et ces structures plus complexes sont appelées « structures d'amiante ».

Généralement, les prélèvements doivent avoir lieu pendant 5 jours durant les périodes d'activités dans le local. Toute tête de prélèvement permettant de capter au moins la fraction thoracique est acceptable.

V - STRATEGIE DE PRELEVEMENTS.

Disposer des meilleurs appareils et des meilleures méthodes d'analyses ne suffit pas pour évaluer de manière fiable l'exposition des personnes aux poussières minérales. En effet, il est prouvé que des prélèvements à poste fixe ou individuel ne donnent pas les mêmes résultats. Il est évident que des prélèvements effectués à l'extérieur un jour de pluie, de grand vent ou de temps ensoleillé ne seront pas identiques. De même, un prélèvement effectué un jour ne sera pas obligatoirement représentatif de l'activité du lendemain, celui effectué sur un ouvrier ne traduira pas automatiquement l'exposition d'un autre.

Il est donc nécessaire de définir une stratégie d'échantillonnage la plus fiable et la plus représentative. Il est nécessaire également que les stratégies soient comparables.

C'est pourquoi, le Comité Européen de normalisation a fait paraître une norme sur les atmosphères des lieux de travail "Conseils pour l'évaluation de l'exposition aux agents chimiques aux fins de comparaison avec des valeurs limites et stratégie de mesurage" (NF EN 689) en juillet 95.

Elle présente un certain nombre de lignes directrices pour évaluer les expositions et insiste notamment sur l'important travail à effectuer avant de passer à l'étape prélèvements. L'évaluation de l'exposition professionnelle s'effectue en trois étapes :

- identification de l'exposition potentielle (liste des substances),
- la détermination des facteurs d'exposition liés au travail : dans cette étape les procédés et les procédures de travail sont évalués en vue d'apprécier les possibilités d'exposition aux agents chimiques par une revue détaillée (par exemple : des fonctions de travail, des activités et technique de travail, des procédés de production, de la configuration du lieu de travail, des mesures de sécurité, des dispositifs de ventilation, des sources d'émission, des périodes d'exposition, de la charge de travail...).
- l'évaluation des expositions : elle rapproche l'identification des expositions potentielles, les facteurs liés au lieu de travail et leurs interactions.

A l'issue de ces étapes, une stratégie de mesurage pourra être définie suivant un certain nombre de principes décrits dans la norme. Les mesurages à point fixe sont possibles si les résultats peuvent servir à l'évaluation de l'exposition du travailleur. Dans la majorité des cas, il sera cependant nécessaire d'effectuer des mesurages individuels. Un certain nombre d'annexes informatives sont fournies afin de déterminer la périodicité des mesures à effectuer.

.../...

VI - PRELEVEMENTS DE POUSSIERES EN ENVIRONNEMENTS (HORS MILIEU PROFESSIONNEL).

Bien que cet exposé soit essentiellement basé sur les méthodes de mesures des empoussiérages en milieu professionnel, il nous semble utile de présenter brièvement les méthodes utilisées en environnement. Le développement de plus en plus important des débats sur la santé et l'environnement (diesel, amiante,...) montre que la plupart des données sur la santé proviennent en priorité des études en milieu professionnel et sont souvent ensuite utilisées lors d'approches environnementales. C'est pourquoi, il est particulièrement important que les préleveurs en milieu professionnel et en environnement, qui sont souvent des équipes différentes, parlent le même langage.

Cette obligation s'applique également aux poussières minérales.

Un grand pas a été effectué récemment dans ce sens avec la parution de la norme ISO 7708 en mai 1996 et qui reprend, pour définir les fractions de taille des particules pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé, les mêmes critères que ceux de la norme s'appliquant aux atmosphères de travail (Norme Européenne EN 481). Elle introduit en plus une catégorie convention alvéolaire "haut risque" pour les enfants ou les sujets à risque (figure 3).

Cette avancée importante va permettre à chacun d'utiliser les mêmes appareils et de parler des mêmes tailles d'aérosols.

En effet, jusqu'à présent en environnement, on utilisait principalement deux types de tête de prélèvements : une ayant un diamètre de coupure (diamètre pour lequel l'efficacité d'échantillonnage est égale à 50 %) à 13μ (norme NF X 43-021), l'autre ayant un diamètre de coupure à 10μ (type PM 10). Les américains utilisent également un diamètre de coupure à $2,5 \mu$ (type PM 2,5).

Le diamètre 10μ est proche de la concentration thoracique, le $2,5 \mu$ de la concentration alvéolaire haut risque.

Plusieurs méthodes de quantification des poussières existent par ailleurs : soit par gravimétrie (pesée manuelle ou automatique), soit par absorption de rayons β (figure 4), soit par réflectométrie, soit par comptage de particules. Un certain nombre de ces méthodes sont également normalisées.

.../...

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Norme Européenne EN 481 : « atmosphère des lieux de travail - Définition des fractions de taille pour le mesurage des particules. Norme AFNOR X 43-276 Novembre 93.
- Norme ISO 7708 - Mai 1996 : « définition des fractions de taille des particules pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé ». Norme AFNOR X 43-100 Mai 96.
- Norme AFNOR X 43-257 - Août 1988 : « prélèvement individuel de la fraction inspirable de la pollution particulaire ».
- Norme AFNOR X 43-261 - Août 1988 : « prélèvement à poste fixe et mesurage de la pollution particulaire totale ».
- Norme AFNOR X 43-262 - Octobre 1990 : « détermination gravimétrique du dépôt alvéolaire de la pollution particulaire - Méthode de la coupelle rotative ».
- Norme AFNOR X 43-259 - 1990 : « prélèvement individuel ou à poste fixe de la fraction alvéolaire de la pollution particulaire - Méthode de séparation par cyclone 10 mm ».
- Norme AFNOR X 43-296 - Juin 1995 : « détermination par rayons X de la fraction conventionnelle alvéolaire de la silice cristalline. Echantillonnage sur membrane filtrante ».
- Norme AFNOR X 43-295 - Juin 1995 : « détermination par rayons X de la fraction conventionnelle alvéolaire de la silice cristalline. Echantillonnage par dispositif à coupelle rotative ».
- Norme EN 482 - Novembre 1994
Norme AFNOR X 43-277 : « exigences générales concernant les performances des procédures de mesurage des agents chimiques ».
- Norme EN 689 - Juillet 1995 :
Norme AFNOR X 43-279 : « conseils pour l'évaluation de l'exposition aux agents chimiques aux fins de comparaison avec des valeurs limites et stratégie de mesurage ».
- Norme AFNOR X 43-269 - Décembre 1991 : « détermination de la concentration en nombre de fibres par microscopie optique en contraste de phase - méthode du filtre à membrane ».

.../...

Références bibliographiques (suite)

- Norme AFNOR X 43-050 - Juin 1996 : « détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission - Méthode indirecte ».
- O. BLANCHARD - Méthodes d'échantillonnage des poussières dans les industries extractives - 1995 - Rapport INERIS pour le Ministère de l'Industrie.
- J.C. GUICHARD - P. SEBASTIEN - La surveillance des atmosphères de travail : particules en suspension. Journal de toxicologie clinique et expérimentale, tome 11, mars-avril 1991, n° 2, p. 87-103.
- Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France - Particules en suspension dans l'atmosphère : effets sur la santé et proposition pour une révision des valeurs limites. Ministère des affaires sociales, de la santé et de la ville - Juillet 1993.