

Caractérisation de l'amiante dans une matrice solide

Etat de l'art et Guide de recommandations des bonnes pratiques



C4H5O2_5 2/ 9/99 THERMC 4H 50 2 0G 300.000 5000.000/ 1392.000 1
1.64121890E+01 1.20184883E-02-4.40468566E-06 7.30124728E-10-4.42784365E-14 2

**CARACTERISATION DE L'AMIANTE
DANS UNE MATRICE SOLIDE :**

**ÉTAT DE L'ART
&
GUIDE DE RECOMMANDATIONS DES BONNES PRATIQUES**

RAPPORT FINAL

décembre 2018

I. MOULIN, D. ROSSINI, P. SOUCHU, T. MILLAN - LERM - Groupe SETEC



Créée en 1989 à l'initiative du Ministère en charge de l'Environnement, l'association RECORD – REseau COopératif de Recherche sur les Déchets et l'Environnement – est le fruit d'une triple coopération entre industriels, pouvoirs publics et chercheurs. L'objectif principal de RECORD est le financement et la réalisation d'études et de recherches dans le domaine des déchets et des pollutions industrielles.

Les membres de ce réseau (groupes industriels et organismes publics) définissent collégalement des programmes d'études et de recherche adaptés à leurs besoins. Ces programmes sont ensuite confiés à des laboratoires publics ou privés.

Avertissement :

Les rapports ont été établis au vu des données scientifiques et techniques et d'un cadre réglementaire et normatif en vigueur à la date de l'édition des documents.

Ces documents comprennent des propositions ou des recommandations qui n'engagent que leurs auteurs. Sauf mention contraire, ils n'ont pas vocation à représenter l'avis des membres de RECORD.

- ✓ Pour toute reprise d'informations contenues dans ce document, l'utilisateur aura l'obligation de citer le rapport sous la référence :

RECORD, Caractérisation de l'amiante dans une matrice solide : Etat de l'art et Guide de recommandations des bonnes pratiques, 2018, 102 p, n°16-0163/1A

- ✓ Ces travaux ont reçu le soutien de l'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie)
www.ademe.fr

Comité de suivi de l'étude :

Rémy BAYARD - INSA DE LYON / RECORD, Bénédicte COUFFIGNAL - RECORD, Bruno COURTAIS - GROUPE SECHE, Bruno GILARDIN - SARP INDUSTRIES, Grégory LANFREY - SOCOTEC France, Guillaume LOUCHEZ - SUEZ, Aurélie MARTIN - SNCF, Catherine PACHOT - RENAULT, Audrey PETITEAU - ADEME, Laure RENVOISÉ - SUEZ, Philippe RUAT - GROUPE SECHE, François THERY - EDF

© RECORD, 2018

RESUME

La gestion de la problématique amiante est un enjeu majeur et les étapes de détection et de caractérisation d'amiante dans les matrices solides sont primordiales. A l'heure actuelle, les méthodes d'analyse normalisées ne couvrent que la détection et la quantification des fibres dans l'air. L'analyse des fibres dans les matrices solides peut recourir à différentes techniques complexes et dont la mise en œuvre et l'interprétation des résultats nécessitent un niveau de compétences élevé.

Face à ce constat, les objectifs conduits lors de l'étude sont :

- réaliser une synthèse des méthodes d'échantillonnage et des techniques d'analyse des fibres d'amiante sur matrices solides actuellement mises en œuvre dans le cadre de diagnostics en France et dans le monde et en lien avec la réglementation ;
- réaliser une synthèse prospective sur les nouvelles techniques analytiques développées ou en cours de développement pour l'analyse de fibres amiante dans les matrices solides intégrant les méthodes permettant de mesurer la fraction libérable des fibres dans l'air ;
- établir des recommandations de bonnes pratiques permettant de fiabiliser les différentes étapes : échantillonnage, prélèvements, préparation des échantillons, analyse des fibres et interprétation des résultats.

L'étude a abouti à la rédaction de deux documents :

- un état de l'art des connaissances relatives à l'analyse de l'amiante dans les matrices solides ;
- un guide de recommandation des bonnes pratiques dont la rédaction est issu des réflexions d'un groupe de travail impliquant maitres d'ouvrage, maitres d'œuvre et laboratoire.

MOTS CLES

Amiante, matrice solide, échantillonnage, techniques d'analyse

SUMMARY

The management of the asbestos issue is a major challenge and asbestos identification and characterization in solid matrix is essential. Nowadays, the normative analytical techniques just focus on identification and quantification of asbestos in air. Fibers characterization in solid matrix can be done using different techniques that are complex and whose implementation and result interpretation need a high level of expertise.

Consequently, the objectives of the study are the following:

- synthesizing sampling methods and analytical techniques for asbestos in solid matrix currently used during diagnosis in France and in the world;
- synthesizing new or under development analytical techniques including methods for fiber emissivity evaluation;
- setting good practices guidelines for making the different steps more reliable: sampling, sample preparation, analysis and results interpretation.

The study has leaded to two documents:

- a state of the art of knowledge about asbestos analysis in solid matrix;
- a guide of good practices guidelines resulting from the thinking of a working group involving projects owner, project managers and laboratories.

KEY WORDS

Asbestos, solid matrix, sampling, analytical techniques

CARACTERISATION DE L'AMIANTE DANS UNE MATRICE SOLIDE

**PARTIE : ETAT DE L'ART DES CONNAISSANCES
ET DES PRATIQUES D'INTERPRETATIONS DES RESULTATS
DE CARACTERISATION**

SOMMAIRE - Partie : Etat de l'art

1. Introduction.....	8
2. L'amiante dans les matrices solides	9
2.1. Généralités et définitions	9
2.1.1. Définition de l'amiante.....	9
2.1.2. Notions de fibre.....	10
2.1.3. Structure cristalline et composition chimique des minéraux asbestiformes.....	11
2.1.3.1. Structure cristalline.....	11
2.1.3.2. Composition chimique	13
2.1.4. Fragments de clivage.....	14
2.2. Réglementation en France et à l'étranger	16
2.2.1. Historique	16
2.2.1.1. Les conventions internationales.....	16
2.2.2. Interdiction de l'amiante dans le monde.....	16
2.2.3. Evolution de la réglementation en France.....	18
2.2.3.1. Réglementation de l'inhalation de fibres d'amiante	18
2.2.4. Seuil de définition d'un matériau amiantifère	19
2.2.4.1. France :	19
2.2.4.2. Allemagne :	19
2.2.4.3. Italie :	19
2.2.4.4. Japon :	20
2.2.4.5. USA :	20
2.2.4.6. Conclusion :	21
2.2.5. Protection des travailleurs	21
2.2.5.1. En France	21
2.2.5.2. En Europe.....	22
2.2.6. Réglementations spécifiques – cas de la France	23
2.2.6.1. Routes	23
2.2.6.2. Industries extractives.....	23
2.2.6.3. Déchets	23
2.2.6.4. Amiante environnemental.....	25
2.2.6.5. Affleurements naturels amiantifères.....	26
2.3. Origine et type de fibres dans les matrices solides	26
2.3.1. Sols, roches, matériaux d'excavation et granulats naturels	27
2.3.2. Enrobés bitumineux	28
2.3.2.1. L'amiante introduit dans les bitumes.....	28
2.3.2.2. L'amiante présent dans les granulats naturels	29
2.3.3. Sites et sols pollués	29
2.3.3.1. Recensement des sites et sols pollués	29
2.3.3.2. Origine et nature des fibres des sites et sols pollués.....	30
2.3.4. Conclusion sur l'origine et le type de fibres dans les matrices solides	31
2.4. Enjeux financiers et en lien avec l'économie circulaire.....	31
3. Etat de l'art : caractérisation des fibres d'amiante dans les matrices solides	33
3.1. Méthode d'échantillonnage et techniques de prélèvement	33
3.1.1. Sols, roches, carrières et granulats	33
3.1.2. Enrobés bitumineux	36
3.1.3. Sites et sols pollués, déchets	36
3.2. Techniques de préparation, d'identification et de quantification de l'amiante dans les matrices solides.....	37
3.2.1. Préparation des sous échantillons pour essais	37
3.2.1.1. Homogénéisation et broyage.....	37
3.2.1.2. Méthode permettant la concentration de l'échantillon en fibres	38
3.2.1.3. Fraction libérable de fibres	38
3.2.2. Analyse de l'amiante dans les matrices solides	39
3.2.2.1. Techniques microscopiques	39
3.2.2.1.1. Principe des différentes techniques.....	39
3.2.2.1.1.1. Microscopie optique à contraste de phase (MOCP) :	39
3.2.2.1.1.2. Microscopie optique en lumière polarisée (MOLP) :	40
3.2.2.1.1.3. Microscopie électronique à balayage (MEB) :	40
3.2.2.1.1.4. Microscopie électronique en transmission (MET) :	41
3.2.2.1.2. Spécificités des méthodes microscopiques	41
3.2.2.1.3. Méthodes de préparation spécifiques aux techniques microscopiques	42

3.2.2.1.4.	Méthodes d'analyse qualitative et quantitative.....	42
3.2.2.1.4.1.	Identification des fibres dans les matrices solides	42
3.2.2.1.4.2.	Détermination de la teneur en fibres	44
3.2.2.1.5.	Avantage et limites des techniques	46
3.2.2.1.5.1.	Microscopie optique à contraste de phase (MOCP) :	46
3.2.2.1.5.2.	Microscopie optique en lumière polarisée (MOLP) :	47
3.2.2.1.5.3.	Microscopie électronique à balayage (MEB) :	47
3.2.2.1.5.4.	Microscopie électronique en transmission (MET) :	48
3.2.2.2.	Autres méthodes	50
3.2.2.2.1.	Diffraction des rayons X	50
3.2.2.2.2.	Spectroscopie Raman :	51
3.2.2.2.3.	Spectrométrie infrarouge :	51
3.2.2.2.4.	Compteur de fibres :	52
3.2.2.2.5.	Microsonde électronique :	52
3.3.	Essais d'émissivité	52
3.3.1.	Projet PIMAC (BRGM)	52
3.3.2.	Indice de libération des fibres (Italie)	53
3.3.3.	Emissivité de plaques de fibrociment dans l'air (Pologne).....	54
3.3.4.	Comparaison de l'émissivité de particules à partir de fibrociment et de ciment non amiante (Lituanie, Allemagne).....	55
3.3.5.	Altération des fibres contenue dans un fibrociment (Royaume-Uni)	56
3.3.6.	Contexte des sols pollués (Royaume-Uni).....	56
3.3.7.	Conclusion	57
4.	Conclusion : complexité de la caractérisation de l'amiante dans les matrices solides.....	59

Glossaire

Actinolite

Forme d'amiante de la famille des amphiboles.

Aléa d'émission (de fibres d'amiante)

La notion d'aléa d'émission est définie comme la capacité d'une roche amiantifère à libérer des fibres. Voir aussi émissivité.

Aléa de présence d'amiante

L'aléa de présence d'amiante caractérise la probabilité sur un territoire donné de présence de formations géologiques pouvant renfermer des minéraux amiantifères.

Amiante

Terme générique qui désigne des silicates hydratés répartis en 2 familles de minéraux : les Amphiboles et les Serpentes. Une définition plus complète de l'amiante est donnée au chapitre 2.1.1.

Amiante environnemental

L'amiante environnemental peut être défini comme toute source d'amiante susceptible de générer une exposition environnementale.

L'Inserm (1997) et l'Institut de veille sanitaire (2008) classent les expositions « environnementales » aux fibres d'amiante par opposition aux expositions « professionnelles », « para-professionnelles » et « domestiques », en trois catégories selon la source de pollution :

- Source naturelle : d'origine géologique, dans certaines régions où le sol contient des fibres d'amiante qui sont inhalées par les personnes qui les respirent à l'occasion d'activités diverses ;
- Source industrielle (ponctuelle) : par exemple dans le cas des mines d'amiante et des usines de transformation de l'amiante qui projettent des fibres d'amiante dans le voisinage, ces fibres pouvant être inhalées par les personnes vivant et/ou travaillant dans l'environnement de cette source ;
- Source intra-murale ou urbaine : lorsque les fibres sont émises par l'amiante mis en place dans des bâtiments et des installations diverses et peuvent être relarguées dans l'atmosphère soit du fait de la dégradation des installations, soit du fait d'interventions sur celles-ci.

La Haute Autorité de Santé (Exposition environnementale à l'amiante : état des données et conduite à tenir, 2009) parle quant à elle d'« exposition environnementale » à l'amiante dès lors que cette exposition à la pollution de l'air extérieur ou intérieur à des fibres d'amiante n'est pas professionnelle, liée à une activité au contact de matériaux contenant de l'amiante. Elle inclut donc les expositions para professionnelles passives et les expositions domestiques.

Amiantifère (matériau)

Matériau qui contient des fibres d'amiante. Aujourd'hui, il n'existe pas de seuil en France pour déclarer un matériau amiantifère. D'autres pays ont fixé un seuil situé entre 0,1 % et 1 % en masse pour déclarer un matériau amiantifère.

Amphiboles

Nom d'un groupe important d'inosilicates (silicates hydratés auxquels se lient des cations Fe et Mg ou Fe et Na comprenant une centaine de membres). Le groupe des amphiboles est lui-même subdivisé en 5 sous-groupes :

Amphiboles magnésio-ferro-mangano-lithiques : Anthophyllite, Gédrite, Grunerite, etc.

Amphiboles calciques : Actinolite, Edenite, Pargasite, Tremolite, etc.

Amphiboles sodi-calciques : Barroisite, Katophorite, Richterite, etc

Amphiboles sodiques : Arfvedsonite, Glaucophane, Riebeckite, etc.

Amphiboles sodi-calci-magnésio-ferro-mangano-lithiques Ottoliniite, Whittakerite, etc.

Amphiboles dites réglementaires ou réglementées

Minéraux auxquels s'applique la directive 99/77/CE qui interdit la mise sur le marché et l'emploi de fibres d'amiante et des produits auxquels elles ont été délibérément ajoutées : Chrysotile - Actinolite – Amosite - Crocidolite – Trémolite – Anthophyllite.

Cette définition réglementaire ne coïncide pas avec une définition minéralogique. D'autres minéraux asbestiformes peuvent donc ne pas être inclus dans cette définition (Guidelines for geologic investigations of naturally occurring asbestos in California, 2002).

Amosite

L'amosite est une variété asbestiforme d'amphibole. Son homologue non asbestiforme est la grunérite (du nom de son découvreur).

Anthophyllite

Forme d'amiante de la famille des amphiboles.

Asbestiforme

Ce terme désigne une morphologie provenant d'une cristallisation naturelle et unidimensionnelle d'un minéral donnant des fibres. Cette morphologie confère au minéral des caractéristiques particulières dont un rapport d'allongement élevé, et dans certains cas, des propriétés mécaniques spécifiques de résistance, de flexibilité et de durabilité.

Non asbestiforme

Ce terme désigne tout minéral qui n'est pas asbestiforme. Les minéraux non asbestiformes ne se développent pas en longues fibres unidimensionnelles. Lorsqu'une pression est appliquée sur des minéraux non asbestiformes, ces derniers peuvent se briser. Dans le cas des amphiboles, les fragments générés par cette fragmentation sont plus ou moins allongés et réguliers, et leurs faces correspondant souvent à des plans de clivage.

Chrysotile

Le chrysotile ou amiante blanc est la variété asbestiforme du groupe des serpentines. Le chrysotile est la variété d'amiante qui a été la plus exploitée, son usage industriel représente environ 95 % de l'amiante commercialisée.

Crocidolite

Variété asbestiforme du groupe des amphiboles. Cet amiante est souvent aussi appelé amiante bleu. Son homologue non asbestiforme est la riébeckite.

Emissivité

Relation entre la teneur en amiante d'un matériau et sa capacité à libérer des fibres d'amiante dans l'air. Cette relation entre teneur en amiante d'un matériau et son émissivité, c'est-à-dire sa capacité à libérer des fibres dans l'air, dépend de plusieurs facteurs : le matériau lui-même, sa teneur en amiante, les contraintes qui lui sont appliquées.

Voir aussi Aléa d'émission

Fibre

Les fibres prises en compte d'un point de vue réglementaire, dans les mesures d'air, sont celles définies par l'Organisation mondiale de la santé c'est-à-dire ayant une longueur supérieure à 5 µm et un diamètre inférieur à 3 µm en raison de leur pénétration au sein de l'appareil respiratoire.

La forme « fibre » est un élément pathogénique qui s'est révélé important avec l'amiante. En raison de cette structure, "toute nouvelle fibre proposée comme substitut à l'amiante ou pour tout autre usage doit être soupçonnée, a priori, d'être pathogène" (Rapport INSERM, 1999).

Fibre OMS

L'OMS définit une fibre comme toute particule solide, naturelle ou artificielle, allongée à bords parallèles, ayant un diamètre inférieur à 3 µm, une longueur supérieure à 5 µm et un rapport d'allongement supérieur à 3.

Fibre Courte d'Amiante (FCA)

Les experts du groupe de travail (AFSSET, 2008) ont proposé qu'une FCA soit définie par une longueur inférieure à 5 µm, un diamètre inférieur à 3 µm et un rapport longueur/diamètre supérieur à 3. En pratique et d'après le rapport L/D retenu, le diamètre n'excédera pas 1,67 µm.

Fibre Fine d'Amiante (FFA)

Les experts du groupe de travail (AFSSET, 2008) ont retenu pour la définition d'une FFA, toute particule d'amiante présentant une longueur supérieure à 5 µm, un diamètre inférieur à 0,2 µm et un rapport longueur/diamètre supérieur à 3.

Fibre réglementaire

Dans l'air, en France, l'arrêté du 19 août 2011 et celui du 14 août 2012 fixent respectivement les modalités de réalisation des mesures d'empoussièrement en fibres d'amiante dans les immeubles bâtis et les conditions de mesurage des niveaux d'empoussièrement et du contrôle du respect de la Valeur Limite d'Exposition Professionnelle (VLEP) aux fibres d'amiante. Pour l'application de ces arrêtés, sont prises en compte les fibres correspondant à la définition donnée par l'OMS. L'analyse des prélèvements est réalisée par microscopie électronique en transmission selon la norme NF X 43-050 de janvier 1996 relative à la détermination de la concentration en fibres d'amiante par MET.

En France, aucun document ne fixe les critères dimensionnels à prendre en compte pour qualifier la présence de fibres d'amiante dans les matériaux. La norme NF X 43-050 spécifie, pour les analyses réalisées en microscopie électronique en transmission, qu'une fibre correspond à un objet ayant un rapport d'allongement (longueur / diamètre) supérieur à 3.

Fragments de clivage

Les fragments de clivage sont des particules minérales qui proviennent de la fragmentation de différents minéraux, dont notamment les minéraux amphiboles non asbestiformes sous l'effet d'une action mécanique.

Les fragments de clivage, provenant des fibres d'amphiboles non asbestiformes, ont la même composition chimique que les fibres correspondantes d'amiante sans en avoir les autres caractéristiques : de dimensions (longueur, diamètre et rapport d'allongement), de propriétés chimiques et physiques, de performances mécaniques.

Habitus

En minéralogie, l'habitus est la forme cristalline réelle supposée d'un cristal ou d'un agrégat de cristaux. Un habitus ne correspond pas à une structure cristalline particulière ou à une composition chimique et de nombreux minéraux, dont les minéraux amiantes, cristallisent dans des habitus différents selon leur environnement.

Microscopie électronique à balayage (MEB)

La MEB peut dans une certaine limite être utilisée pour l'analyse des prélèvements d'air et de matériaux. Cette technique repose sur l'exploitation des interactions électrons-matière. En MEB, un faisceau focalisé d'électrons accélérés par une tension de 0,5 à 30 kV balaie point par point et ligne après ligne la surface d'un échantillon. Diverses interactions entre les électrons incidents (primaires) et la matière génèrent ensuite différents signaux utilisés pour l'imagerie (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, cathodoluminescence) et pour la microanalyse chimique élémentaire (rayons X). Des détecteurs appropriés, tels que des détecteurs d'électrons spécifiques (secondaires, rétrodiffusés...) et des détecteurs de photons X, permettent de recueillir des signaux significatifs lors du balayage de la surface et d'en former diverses images significatives (images en contraste chimique ou topographique) et des spectres de microanalyse.

Les interactions entre le faisceau électronique incident et les atomes de la surface de l'échantillon génèrent des photons X, provenant d'une transition électronique au sein du nuage électronique des atomes. Chaque photon X possédant une énergie caractéristique peut alors être collecté par un détecteur dédié, son énergie (mesurée en eV) permettant d'identifier spécifiquement l'atome qui l'a émis. Chaque photon détecté est donc attribué et il est ainsi possible de procéder à une analyse chimique qualitative (voire semi-quantitative dans certains cas) localisée (μm^3) de la surface d'un échantillon. Les photons X de basse énergie ne sont pas (ou mal) détectés, l'analyse dispersive en énergie (EDX ou EDS) ne prenant pas en compte les éléments légers (H, He, Li, Be, B).

Microscopie électronique à transmission (MET)

La microscopie électronique en transmission est utilisée pour l'analyse des prélèvements d'air et des matériaux. La technique est proche, dans son principe, de la microscopie optique en lumière visible. Cependant, la longueur d'onde associée au faisceau d'électrons étant beaucoup plus faible ($< 5.10^{-3}$ nm) que celle de la lumière visible, la résolution en microscopie électronique s'en trouve nettement améliorée. Cette technique repose sur l'interaction des électrons avec la matière et la détection des électrons ayant traversé l'échantillon (électrons transmis et électrons diffusés). La distinction entre les électrons transmis et les électrons diffusés permet de créer le contraste des images au MET.

De même que la microscopie électronique à balayage, la microscopie électronique en transmission permet également l'acquisition de spectres EDS (analyse dispersive en énergie) et donc l'analyse chimique de l'échantillon.

Microscopie Optique à Contraste de Phase (MOCP)

Le microscope optique à contraste de phase est un microscope qui exploite les changements de phase de la lumière traversant un échantillon. Il est très utilisé en bactériologie du fait de la possibilité d'observer des échantillons transparents tels que les cellules.

Dans un microscope à contraste de phase, deux dispositifs appelés anneaux de phase sont placés l'un dans le condensateur (système qui focalise la lumière sur l'objet) et l'autre dans l'objectif. Au niveau de l'anneau placé dans l'objectif, le faisceau diffusé par l'échantillon traverse une plus grande épaisseur que le faisceau direct. Cela crée un déphasage et un phénomène d'interférence entre les deux faisceaux. Ces interférences permettent de construire une image de l'échantillon au niveau du détecteur.

Microscopie Optique à Lumière Polarisée (MOLP)

Le microscope polarisant est un instrument d'optique muni de 2 filtres spéciaux appelés polariseur et analyseur pour l'observation et l'identification des minéraux. Il utilise pour cela les propriétés optiques des cristaux qui modifient les caractéristiques de la lumière qui les traversent.

Lorsque le polariseur et l'analyseur sont croisés, c'est-à-dire perpendiculaires l'un par rapport à l'autre, la lumière sortant du polariseur est arrêtée par l'analyseur : il y a extinction. Aucune lumière n'est visible dans l'oculaire. Lorsqu'un cristal est placé entre le polariseur et l'analyseur, ce cristal dévie la lumière polarisée issue du polariseur et modifie ses caractéristiques.

L'analyseur agit ensuite sur la lumière polarisée en modifiant les teintes, qui sont ainsi caractéristiques du cristal observé. Ces couleurs de polarisation servent de « signature » pour identifier les minéraux.

Particule minérale allongée (PMA)

Ce terme s'applique à toute particule minérale ayant un rapport d'allongement supérieur à 3 ($L/D > 3$), sans tenir compte de son état asbestiforme ou non asbestiforme.

Trémolite

Forme d'amiante du groupe des amphiboles.

1. Introduction

L'amiante est un terme générique pour qualifier un minéral silicaté fibreux issu de deux groupes de roches :

- une variété issue des serpentines le chrysotile,
- 5 variétés issues des amphiboles que sont l'amosite, la trémolite, la crocidolite, l'anthophyllite, l'actinolite (les termes amosite et crocidolite sont les noms commerciaux de la grunerite et de la riébeckite).

En raison de leurs propriétés thermiques (résistance au feu, faible conductivité thermique) et mécaniques (traction, flexion, usure...) et leur faible coût, les minéraux asbestiformes ont été très largement utilisés dans de nombreux domaines comme l'industrie (calorifuge, matériaux de friction, freins...), la construction (isolation, produits fibrociment, mortiers,...) et les travaux publics (enrobés routiers).

Or l'amiante s'est révélé être une fibre dangereuse à inhaler et à ingérer. Son utilisation est maintenant interdite depuis 1997 et sa manipulation (retrait d'amiante, encoffrement, extraction etc.) strictement réglementée (entres autres par Arrêté du 23 février 2012 et Décret n°2012-639 du 4 mai 2012).

Dans le cadre de chantiers de génie civil, de travaux de déconstruction, réhabilitation de bâtiments ou d'opérations d'entretien ou de rénovation des infrastructures de transport, la gestion de la problématique amiante est devenue un enjeu majeur quant aux respects des conditions sanitaires (gestion des risques pour les intervenants, sélection des filières de traitement et d'élimination adaptées), des coûts et des délais. Les phases de détection et de caractérisation d'amiante dans les matrices solides deviennent primordiales et les prises de décisions lourdes de conséquences, sur le plan sanitaire et économique, doivent pouvoir s'appuyer sur des techniques de caractérisation fiables.

L'analyse des fibres asbestiformes dans les matrices solides peut recourir à différentes techniques analytiques allant des examens microscopiques (microscopie optique, microscopie électronique à balayage, microscopie électronique à transmission...) aux analyses cristallographiques (diffraction de rayons X) qui sont toutes des méthodes complexes dont la mise en œuvre et l'interprétation des résultats nécessitent du personnel compétent et expérimenté. Des retours d'expérience mettent en évidence que les méthodes actuellement employées en routine basées sur la microscopie optique ou microscopie électronique à transmission donnent parfois des résultats contradictoires.

En parallèle d'un guide de recommandations des bonnes pratiques qui permettra de fiabiliser les différentes étapes de la caractérisation des fibres d'amiante dans les matrices solides, l'association RECORD a voulu réaliser une synthèse des méthodes d'échantillonnage, de prélèvement et des techniques d'analyse des fibres d'amiante contenues dans les matrices solides actuellement mises en œuvre en France et dans le monde en lien avec les différentes réglementations ainsi qu'une synthèse prospective des techniques en cours de développement.

Dans un premier temps, ce rapport propose une synthèse des différentes réglementations françaises et étrangères en lien avec la caractérisation de l'amiante dans les matrices solides.

Dans un second temps, un état de l'art des différentes pratiques liées à la caractérisation de l'amiante contenu dans une matrice solide est proposé. Outre la présentation des différentes techniques mises en œuvre pour la caractérisation de l'amiante, cette seconde partie présente également les études relatives à l'émissivité des matrices solides contenant de l'amiante.

2. L'amiante dans les matrices solides

2.1. Généralités et définitions

2.1.1. Définition de l'amiante

L'amiante est un terme commercial qui décrit une famille de six minéraux silicatés de forme fibreuse appartenant à deux groupes minéralogiques distincts : les amphiboles et les serpentines. L'intérêt industriel et commercial de l'amiante provient des propriétés que leur confère leur morphologie cristalline spécifique sous forme de fibre : une faible conductivité électrique et thermique, une bonne stabilité chimique, une haute résistance à la traction, durabilité, flexibilité...

Les groupes des amphiboles et des serpentines comportent de nombreux minéraux qui, selon leur habitus pourront être considérés comme asbestiforme ou non.

- dans le groupe des amphiboles qui comprend une trentaine de minéraux environ, 5 formes fibreuses asbestiformes prédominent : l'actinolite, l'amosite, l'anthrophyllite, la crocidolite et la trémolite. Ces minéraux, avec leur habitus particuliers en forme de fibrilles, sont en effet considérés comme asbestiformes par rapport à leurs polymorphes respectifs que sont l'actinote, la grunérite (série de la cummingtonite), anthrophyllite non asbestiforme (série de la cummingtonite), la riébeckite et la trémolite non asbestiformes.
- dans le groupe de la serpentine, le chrysotile est la forme asbestiforme la plus répandue avec en moindre importance l'antigorite. En effet cette dernière présente assez souvent un habitus sous forme de couches ondulées et la lizardite, autre polymorphe principal de la série, cristallise quant à elle en fines lamelles. Toutefois, des recherches ont aussi permis de montrer qu'ils pourraient exister une autre espèce fibreuse, appelée la serpentine polygonale qui se caractérise par des tubes plus courts que le chrysotile et par un diamètre plus grand (e.g. Whicks et O'Hanley, 1988).

Ajoutée à ce constat cristallographique (habitus et polymorphisme), la composition chimique de ces minéraux peut également varier légèrement car ils renferment de nombreux cations (Mg, Fe, Na et Ca pour les principaux) facilement substituables les uns par les autres.

Le Tableau 1 ci-dessous (ANSES, 2015) donne la liste des six minéraux silicatés asbestiformes réglementés en tant qu'amiante et celle de leurs homologues non asbestiforme ainsi que leur composition chimique. On notera que dans le groupe des amphiboles, les formes asbestiformes et non asbestiformes de certains minéraux portent le même nom (actinolite, anthrophyllite, trémolite).

Variétés amiantes (N° CAS)	Composition chimique	Variétés non amiantes (N° CAS)
Groupe des serpentines		
Chrysotile (12001-29-5)	$[Mg_3Si_2O_5(OH)_4]$	Antigorite (12135-86-3) Lizardite (12161-84-1)
Groupe des amphiboles		
Amiante actinolite (77536-66-4)	$[Ca_2(Mg, Fe^{2+})_5Si_8O_{22}(OH)_2]$	Actinolite (13768-00-8)
Amiante anthophyllite (77536-67-5)	$[(Mg, Fe^{2+})_7Si_8O_{22}(OH)_2]$	Anthophyllite (17068-78-9)
Amiante trémolite (77536-68-6)	$[Ca_2Mg_5Si_8O_{22}(OH)_2]$	Trémolite (14567-73-8)
Amosite (12172-73-5)	$[(Mg, Fe^{2+})_7Si_8O_{22}(OH)_2]$	Grunerite (14567-61-4)
Crocidolite (12001-28-4)	$Na_2(Fe^{2+}, Mg)_3Fe^{3+}_2Si_8O_{22}(OH)_2$	Riébeckite (17787-87-0)

Tableau 1 : minéraux amiantes et leurs homologues non amiantes : composition chimique et numéro CAS (ANSES, 2015)

La Figure 1 (AFSSET, 2008) présente une classification des six minéraux asbestiformes en fonction de leur nature minéralogique, de l'importance de leur production et de leur utilisation industrielle.

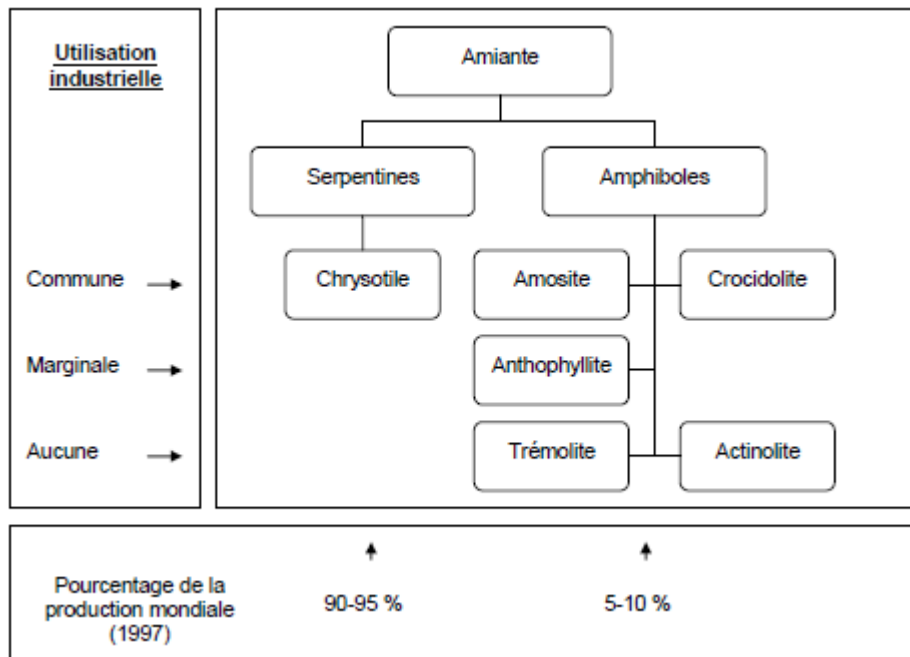


Figure 1 : classification des minéraux amiantes en fonction de leur nature minéralogique, de l'importance de leur production et de leur utilisation industrielle (AFSSET, 2008)

2.1.2. Notions de fibre

Une fibre est une particule définie par son rapport longueur / diamètre (L/D), sa longueur et son diamètre. Selon le contexte, plusieurs définitions peuvent être utilisées.

Définition de l'OMS (Organisation Mondiale de la Santé) : Toute particule solide, naturelle ou artificielle, allongée à bords parallèles, ayant un diamètre inférieur à 3 µm, une longueur supérieure à 5 µm et un rapport d'allongement supérieur à 3 µm.

Ces caractéristiques sont celles prises en compte pour la mesure de la concentration en nombre de fibres dans l'air par MOCP (OMS, 1998).

Fibre fine d'amiante (FFA) : Les experts du groupe de travail (AFSSET, 2008) ont retenu pour la définition d'une FFA, toute particule d'amiante présentant une longueur supérieure à 5 µm, un diamètre inférieur à 0,2 µm et un rapport longueur/diamètre supérieur à 3. A l'heure actuelle, les FFA sont uniquement prises en compte lors de mesures réglementaires en environnement général. Les FFA mais aussi la majorité des FCA (fibre courte d'amiante) ne sont pas visibles avec la méthode de référence employée en hygiène du travail, soit la MOCP. Par contre, la microscopie électronique en transmission (MET), méthode de référence utilisée pour l'environnement général, permet de visualiser ces deux types de fibres et ainsi de définir la distribution granulométrique des fibres d'amiante.

Fibre courte d'amiante (FCA) : Les experts du groupe de travail (AFSSET, 2008) ont proposé qu'une FCA soit définie par une longueur inférieure à 5 µm, un diamètre inférieur à 3 µm et un rapport longueur/diamètre supérieur à 3. En pratique et d'après le rapport L/D retenu, le diamètre n'excédera pas 1,67 µm. A l'heure actuelle, les FCA ne sont pas prises en compte lors de mesures réglementaires réalisées en hygiène du travail et en environnement général.

Particule minérale allongée (PMA) : l'ANSES (ANSES, 2015) définit une particule minérale allongée comme étant une particule minérale dont le rapport d'allongement est supérieur à 3. Cette définition ne tient pas compte de l'origine asbestiforme ou non asbestiforme de la particule.

Fibre réglementaire : dans l'air, en France, l'arrêté du 19 août 2011 et celui du 14 août 2012 fixent respectivement les modalités de réalisation des mesures d'empoussièrement en fibres d'amiante dans les immeubles bâtis et les conditions de mesurage des niveaux d'empoussièrement et du contrôle du respect de la Valeur Limite d'Exposition Professionnelle (VLEP) aux fibres d'amiante. Pour l'application de ces arrêtés, sont prises en compte les fibres correspondant à la définition donnée par l'OMS. L'analyse des prélèvements est réalisée par microscopie électronique en transmission selon la norme NF X 43-050 de janvier 1996 relative à la détermination de la concentration en fibres d'amiante par MET.

En France, aucun document ne fixe les critères dimensionnels à prendre en compte pour qualifier la présence de fibres d'amiante dans les matériaux. La norme NF X 43-050 spécifie, pour les analyses réalisées en microscopie électronique en transmission, qu'une fibre correspond à un objet ayant un rapport d'allongement (longueur / diamètre) supérieur à 3.

2.1.3. Structure cristalline et composition chimique des minéraux asbestiformes

2.1.3.1. Structure cristalline

La structure cristalline, qui détermine la forme et la taille des fibres, est un élément de différenciation important entre le chrysotile et les amphiboles.

La structure cristalline du chrysotile se présente en couches ou feuillets superposés. Elle repose sur une couche non limitée de silice (Si_2O_5)_n dans laquelle tous les tétraèdres de silice sont orientés dans la même direction. Sur une des phases de cette couche et reliant les tétraèdres de silice entre eux, se trouve une couche de brucite ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) dans laquelle deux groupements hydroxyles sur trois sont remplacés par des atomes d'oxygène aux pointes des tétraèdres (Figure 2). Les anomalies de superposition ainsi que les contraintes internes entre les couches incurvent les couches jusqu'à former des cylindres appelés fibrilles (Figure 3).

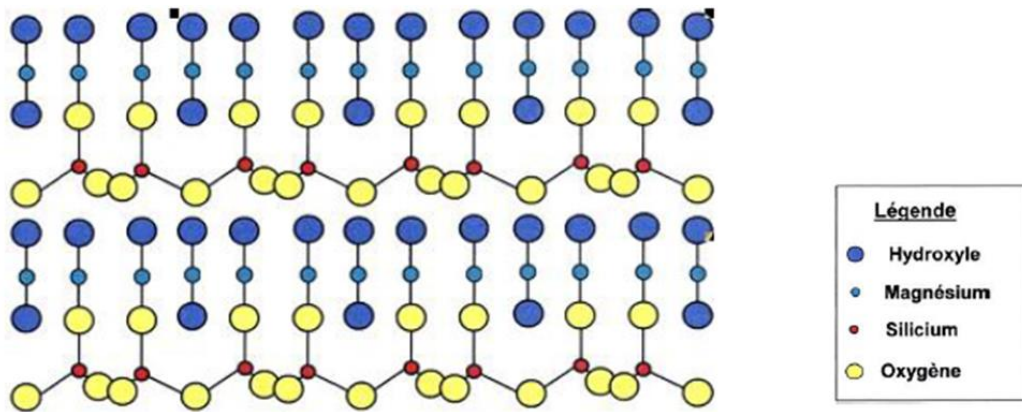


Figure 2 : structure cristalline du chrysotile (Nouvel et Parisi, 2016)

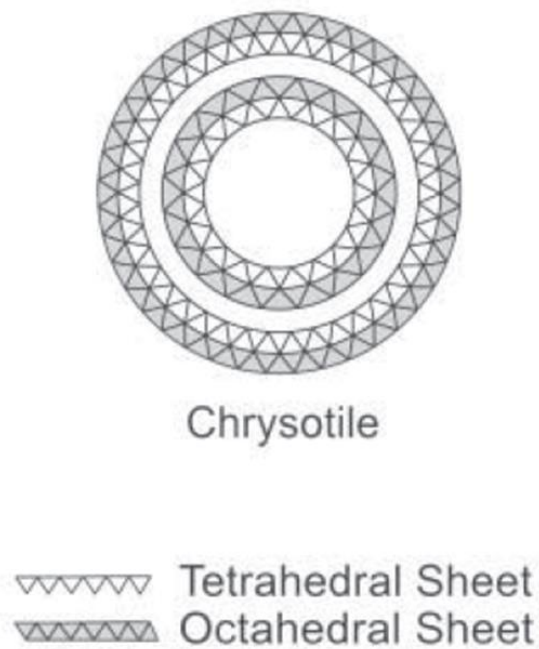


Figure 3 : diagramme simplifié de la structure du chrysotile (Clinkenbeard et al., 2002)

La Figure 4 montre une image MET d'un échantillon contenant de la lézardite (variété de serpentine non asbestiforme) et du chrysotile (serpentine asbestiforme). L'image illustre la structure tubulaire du chrysotile et la structure planaire de la lézardite.

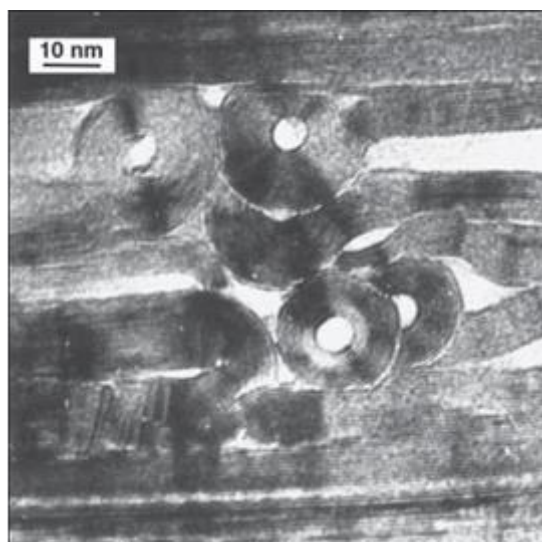


Figure 4 : Image MET de lizardite et de chrysotile (California department of natural resources, 2002)

Les amphiboles comportent deux chaînes ou rubans basés sur des unités de Si_4O_{11} séparés par une bande de sept cations (Fe/Mg pour l'amosite, Fe/Na pour le crocidolite, Ca pour les amphiboles calciques, etc.) formant l'unité de base. Deux groupes hydroxyle sont rattachés au cation central et sont entièrement contenus dans la structure qui est composée d'un empilement de rubans. La liaison entre les rubans est chimiquement faible et les cristaux montrent facilement un clivage parallèle aux rubans. Contrairement au chrysotile, les amphiboles ne présentent pas une fibrille unique comme unité structurale. Toutes les fibres sont droites et ne présentent pas la courbure typique du chrysotile.

La Figure 5 montre la structure cristalline des amphiboles. Le schéma de gauche montre la structure vue en bout alors que le schéma de droite montre la structure vue en plan.

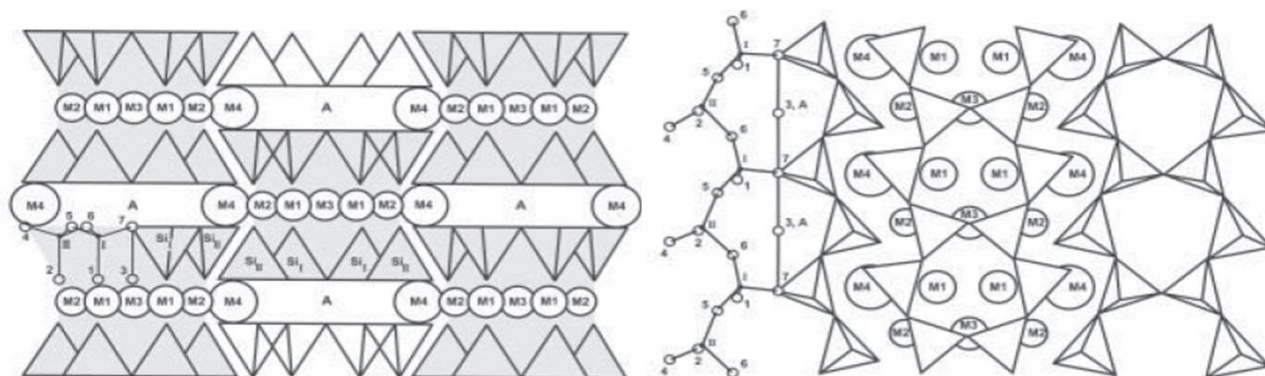


Figure 5 : structure cristalline des amphiboles (California department of natural resources, 2002)

2.1.3.2. Composition chimique

Comme nous l'avons vu précédemment, les différentes variétés d'amiante ont en commun d'être composées essentiellement d'atomes de silicium (Si) et d'oxygène (O) structurés en tétraèdres silicate (SiO_4). Plusieurs éléments peuvent ensuite se combiner avec les atomes d'oxygène : magnésium (Mg), fer (Fe), sodium (Na), etc.

Néanmoins, leur composition chimique varie d'une espèce à l'autre. Ces différences de composition chimique permettent, lors d'une analyse dispersive en énergie (EDS), de distinguer les différentes variétés d'amiante. Les formules et compositions chimiques typiques des différentes variétés d'amiante sont détaillées dans le Tableau 2.

Variété d'amiante	Formule chimique	Composition chimique								
		SiO ₂	FeO	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	H ₂ O
Chrysotile	Mg ₃ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	37 - 44 %		39 - 44 %						12 - 15 %
Amosite	(Fe,Mg) ₇ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂	49 - 53 %	34 - 44 %	1 - 7 %				0 - 0,4 %	traces	2,5 - 4,5 %
Crocidolite	Na ₂ Fe ₂ (Fe,Mg) ₃ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂	49 - 53 %	13 - 20 %	0 - 3 %	0,3 - 2,7 %	17 - 20 %	0 - 0,2 %	0 - 0,4 %	4 - 8,5 %	2,5 - 4,5 %
Anthophyllite	Mg ₇ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂	56 - 58 %	3 - 12 %	28 - 34 %			0,5 - 1,5 %			1 - 6 %
Actinolite	Ca ₂ (Mg,Fe) ₅ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂	51 - 52 %	5 - 15 %	15 - 20 %	10 - 12 %	0 - 3 %	1,5 - 3 %	0 - 0,5 %	0,5 - 1,5 %	1,5 - 2,5 %
Trémolite	Ca ₂ Mg ₅ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂	55 - 60 %	0 - 4 %	21 - 26 %	11 - 13 %	0 - 0,5 %	0 - 2,5 %			0,5 - 2,5 %

Tableau 2 : Formules et compositions chimiques des différentes variétés d'amiante

2.1.4. Fragments de clivage

Les fragments de clivage sont des particules minérales issues de la fragmentation de minéraux non asbestiformes, par altération naturelle ou anthropique telles que des sollicitations mécaniques. Un fragment de clivage provenant d'un minéral amphibole non asbestiforme a la même composition chimique que son homologue asbestiforme, quand il existe, sans en avoir les autres caractéristiques (dimensions, propriétés chimiques et physiques, caractéristiques mécaniques).

Les fragments de clivages, issus d'amphiboles non asbestiforme prismatiques, se différencient des fibres d'amiante par une longueur plus courte, une largeur plus élevée et des bordures et terminaisons moins régulières. Ils sont identifiables par la méthode de référence de l'identification de l'amiante (NF X 43-050). Par contre, la fragmentation des amphiboles non asbestiformes aciculaires (en aiguille) donne des fragments de clivages présentant des caractéristiques géométriques très proches des fibres issues d'amphiboles asbestiformes. La distinction entre une fibre d'amphibole asbestiforme et un fragment de clivage issu de l'amphibole homologue non asbestiforme reste en général complexe et l'application de la norme de caractérisation des fibres d'amiante (NF X 43-050) ne permet pas toujours de les différencier (voir Figure 6, issue d'une proposition technique du laboratoire AD-Lab, accrédité programme 144).

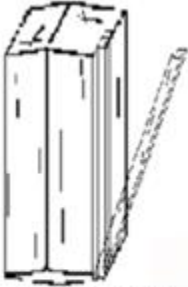





<p>Les différentes formes de l'actinote dans les roches naturelles</p>	 <p>Prismatique (a)</p>	 <p>Aciculaire (ou en aiguille) (b)</p>	 <p>Asbestiforme (c)</p>
<p>Pendant le broyage Particules allongées d'actinote ayant une longueur supérieure à 5 µm, une largeur inférieure à 3 µm, un rapport longueur sur largeur supérieur à 3, relâchées dans l'atmosphère et qui peuvent être classées comme amiante</p>	 <p>Fragment de clivage (d)</p> <p>Dans l'air ces particules sont classées comme fibre d'amiante par certaines méthodes analytiques utilisées</p>	 <p>Fin fragment de clivage (e) et fibre très fine (f)</p> <p>Dans l'air, ces particules sont classées comme amiante par toutes les méthodes analytiques utilisant la microscopie</p>	 <p>Fibre très fine et longue (g)</p> <p>Dans l'air, ces particules sont classées comme amiante par toutes les méthodes analytiques utilisant la microscopie</p>

Figure 6 : Différence entre les morphologies asbestiforme et prismatique

Le schéma de la Figure 7 ci-dessous illustre les différentes définitions de fibres et de particules minérales allongées et positionne les fragments de clivage.

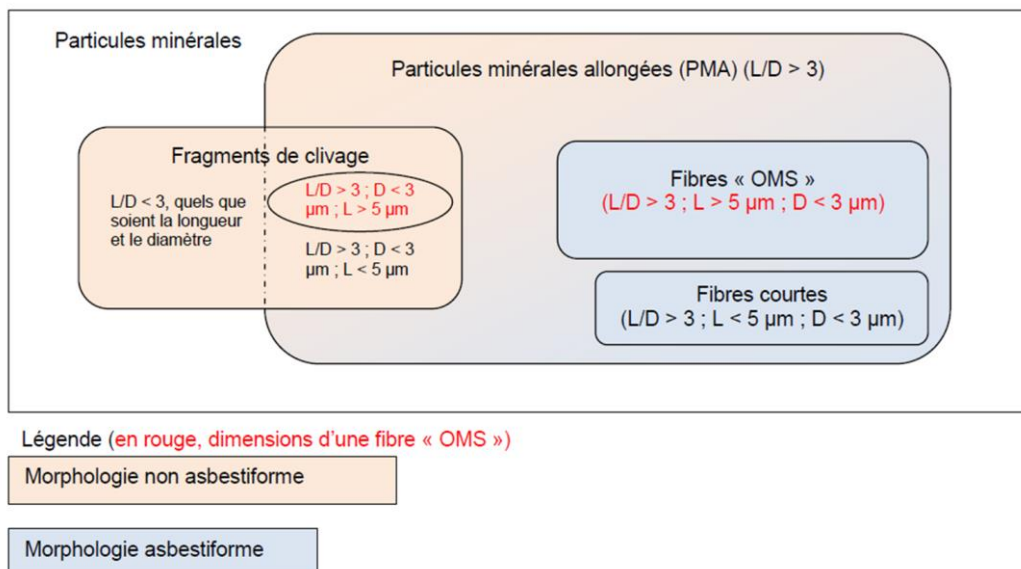


Figure 7 : Représentation graphique des particules minérales en fonction de leur morphologie et de leurs dimensions (ANSES, 2015)

2.2. Réglementation en France et à l'étranger

2.2.1. Historique

Les propriétés d'isolation thermique ou phonique de l'amiante, ses bonnes performances mécaniques et son faible coût expliquent l'usage extrêmement répandu qui a été fait de ce matériau depuis plus d'un siècle.

La première mesure réglementaire dans le monde date de 1931 en Grande-Bretagne. Elle visait à réduire les valeurs limites maximales d'exposition professionnelle. En 1946, l'American College of Governmental Industrial Hygienists (ACGIH) a émis la première réglementation aux Etats-Unis visant à limiter le risque d'asbestose et recommandait une valeur limite d'exposition, valeur qui a décliné régulièrement depuis (1969, 1972, 1976). En 1977, le Centre international de recherche sur le cancer (CIRC) de l'Organisation mondiale de la santé classait l'amiante dans la catégorie 1 des cancérogènes pour l'homme » (IARC Monographie du CIRC n° 14 - 1977, Supplément 7-1987). Cette nouvelle classification sera un des éléments déclencheurs qui amènera la France, à son tour, à réglementer l'usage de l'amiante.

2.2.1.1. Les conventions internationales

Convention de Bâle

La Convention de Bâle sur le contrôle des mouvements transfrontaliers des déchets dangereux et leur élimination, signée par 182 pays, est entrée en vigueur en 1992. Cette Convention vise à protéger la santé humaine et l'environnement des effets délétères des déchets dangereux. L'amiante (fibres et poussières) est inclus dans l'Annexe I listant les déchets contrôlés par la Convention. Les signataires s'engagent à interdire leur exportation et leur importation entre parties associées à la Convention.

Convention de Rotterdam sur la procédure de consentement préalable en connaissance de cause applicable à certains produits chimiques et pesticides dangereux qui font l'objet d'un commerce international (révisée en 2015)¹

L'augmentation spectaculaire de la production et du commerce des produits chimiques est telle qu'il convient de se préoccuper des risques potentiels posés par les substances chimiques et pesticides dangereux. Les pays qui ne possèdent pas l'infrastructure nécessaire pour surveiller les importations et les utilisations de ces produits chimiques sont particulièrement exposés à ces risques. C'est dans cette perspective de contrôle partagé du commerce des produits chimiques dangereux que la Convention a été adoptée et ouverte à la signature lors d'une conférence de plénipotentiaires tenue à Rotterdam, le 10 septembre 1998, et elle est entrée en vigueur le 24 février 2004.

L'amiante a été inclus à l'Annexe III de la Convention, c'est-à-dire classé comme produit chimique « extrêmement dangereux ».

L'article 10 de la Convention précise que toute Partie qui prend la décision de ne pas consentir à l'importation d'un produit chimique ou de n'y consentir que dans des conditions précises doit, si elle ne l'a déjà fait, interdire simultanément ou soumettre aux mêmes conditions :

- l'importation du produit chimique considéré quelle qu'en soit la provenance ;
- la production nationale du produit chimique aux fins de consommation intérieure.

2.2.2. Interdiction de l'amiante dans le monde

En France le décret n° 96-1133² ne précise aucun seuil de teneur en fibres d'amiantes en deçà duquel un matériau ou produit serait interdit, ce qui signifie que la présence d'amiante est absolument interdite.

¹ Le texte français de la Convention de Rotterdam

² Décret n° 96-1133 du 24 décembre 1996 relatif à l'interdiction de l'amiante, pris en application du code du travail et du code de la consommation :

<https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000000734637>

Dans le monde, plus de cinquante pays ont déjà interdit l'amiante :

- En Europe :

o Les 28 pays de l'Union Européenne :

Allemagne - Autriche - Belgique - Bulgarie - Chypre – Croatie - Danemark - Espagne - Estonie - Finlande - France - Grèce - Hongrie - Irlande - Italie - Lettonie - Lituanie - Luxembourg - Malte - Pays-Bas - Pologne - Portugal - République tchèque - Roumanie - Royaume Uni - Slovaquie - Slovénie – Suède ;

Au niveau européen, la directive 99/77/CE³ interdit la mise sur le marché et l'emploi des fibres d'amiante et des produits auxquels elles ont été délibérément ajoutées. Cette interdiction est réaffirmée (à une seule exception près concernant les diaphragmes pour installations d'électrolyse) dans l'annexe XVII de REACH⁴ qui définit les restrictions sur la fabrication, la mise sur le marché et l'utilisation de certaines substances désignées comme dangereuses. Il est donc spécifié en §6 de ce Règlement que les fibres d'amiante (Crocidolite, Amosite, Anthophyllite, Actinolite, Trémolite, Chrysotile) sont interdites.

En dépit de cette interdiction, des expositions professionnelles et environnementales persistent, et persisteront encore pendant de très nombreuses années, du fait du grand nombre de matériaux contenant de l'amiante encore en place.

o Islande – Norvège – Suisse – Turquie ;

- Continent américain :

o Argentine – Chili – Honduras – Uruguay ;

o des arrêtés d'interdiction sont en vigueur dans plusieurs états du Brésil représentant plus de 40 % de la population ;

- Asie :

o Arabie Saoudite - Barheïn - Brunei - Corée du Sud - Israël - Japon - Jordanie - Koweït - Népal - Oman - Qatar – Turquie ;

o Certains pays comme Singapour et Taiwan ont édicté de sévères restrictions qui entraînent de fait la cessation de l'utilisation d'amiante ;

- Océanie :

o Australie – Nouvelle Calédonie

La Nouvelle Zélande a interdit l'importation d'amiante en vrac mais l'importation de produits contenant de l'amiante reste, a priori, légale.

Le cas du Canada

³ DIRECTIVE 1999/77/CE DE LA COMMISSION du 26 juillet 1999 portant sixième adaptation au progrès technique (amiante) de l'annexe I de la directive 76/769/CEE du Conseil concernant le rapprochement des dispositions législatives, réglementaires et administratives des États membres relatives à la limitation de la mise sur le marché et de l'emploi de certaines substances et préparations dangereuses : <http://eur-lex.europa.eu/legal-content/FR/TXT/PDF/?uri=CELEX:31999L0077&qid=1487155851899&from=EN>

⁴ Règlement (CE) n° 1907/2006 du 18/12/06 concernant l'enregistrement, l'évaluation et l'autorisation des substances chimiques, ainsi que les restrictions applicables à ces substances (REACH), instituant une agence européenne des produits chimiques (Annexe XVII) : http://www.ineris.fr/ondes-info/consultation_document/153#Annexe_XVII

Premier producteur mondial de chrysotile, dont la délégation avait refusé d'ajouter les fibres de chrysotile à la Convention de Rotterdam de 2011, le Canada s'apprête aujourd'hui à interdire l'amiante : le premier ministre, Justin Trudeau, en avait fait l'une de ses promesses électorales en 2015. Son gouvernement va préparer de nouveaux règlements qui interdiront la production, l'utilisation et l'importation ou l'exportation d'amiante, après consultation en 2017. De nouvelles mesures de protection seront édictées pour les travailleurs et les codes du BTP seront modifiés. Ottawa a toutefois laissé la porte ouverte, pour des raisons économiques, à la revalorisation des résidus d'amiante. Début 2018, le gouvernement canadien a publié de nouveaux règlements interdisant l'utilisation, l'importation et la vente d'amiante ainsi que la fabrication et l'importation de produits en contenant. L'interdiction de l'amiante n'est cependant pas totale puisque tout l'amiante présent dans les constructions anciennes ne sera pas à retirer nécessairement. Par ailleurs, la nouvelle réglementation contient quelques exemptions à l'interdiction de l'amiante telle que l'utilisation de résidus miniers d'amiante dans les domaines de la construction et de l'aménagement paysager, notamment dans le cadre du réaménagement et de la réhabilitation d'anciens sites miniers.

2.2.3. Evolution de la réglementation en France

2.2.3.1. Réglementation de l'inhalation de fibres d'amiante

Le premier texte réglementaire en France est l'arrêté du 29 juin 1977 interdisant les flocages à base d'amiante dans les locaux d'habitation. Il sera suivi le 17 août 1977 par un décret⁵ introduisant une valeur limite d'exposition sur 8h de travail (VLEP) ainsi fixée (Article 2) :

« a) 0,60 fibre par centimètre cube lorsque la chrysotile est la seule variété minéralogique d'amiante utilisée ;

b) 0,30 fibre par centimètre cube pour toutes les autres variétés minéralogiques de l'amiante, soit isolées, soit en mélange, y compris lorsqu'il s'agit d'un mélange contenant de la chrysotile. »

Cette VLEP sera ensuite progressivement diminuée jusqu'au décret⁶ de février 1996 :

« En tout état de cause, la concentration moyenne en fibres d'amiante dans l'air inhalé par un travailleur ne doit pas dépasser :

a) Lorsque la chrysotile est la seule variété minéralogique d'amiante présente :

0,3 fibre par centimètre cube sur huit heures de travail, à compter de la date de publication du présent décret ;

0,1 fibre par centimètre cube sur huit heures de travail, à compter du 1er janvier 1998.

b) Dans les situations résiduelles où d'autres variétés minéralogiques d'amiante sont présentes, soit sous forme isolée, soit en mélange, y compris lorsqu'il s'agit d'un mélange contenant du chrysotile :

0,1 fibre par centimètre cube sur une heure de travail, à compter de la date de publication du présent décret. »

Le décret définit ainsi les fibres à prendre en compte : « Pour l'application des a et b ci-dessus, ne sont prises en compte que les fibres de plus de 5 microns de longueur, de 3 microns au plus de largeur et dont le rapport longueur sur largeur excède 3. »

Le décret n° 2012-639 du 4 mai 2012 relatif aux risques d'exposition à l'amiante abaisse encore ce seuil :

⁵ Décret n°77-949 du 17 août 1977 relatif aux mesures d'hygiène particulières applicables dans les établissements où le personnel est exposé à l'action des poussières d'amiante : <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000000335298>

⁶ Décret no 96-98 du 7 février 1996 relatif à la protection des travailleurs contre les risques liés à l'inhalation de poussières d'amiante : https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do;jsessionid=8CF91427500A5F6ED2B0F3FFDBECB3A5.tpdila11v_2?cidTexte=JORFTEXT000000547004&dateTexte=19960208

« Art. R. 4412-100.- La concentration moyenne en fibres d'amiante, sur huit heures de travail, ne dépasse pas dix fibres par litre. Elle est contrôlée dans l'air inhalé par le travailleur. » soit 0,01 fibre par cm³.

2.2.4. Seuil de définition d'un matériau amiantifère

Certains pays ont fixé un seuil à partir duquel un matériau est déclaré comme amiantifère. Certains reconnaissent le seuil de 1% de fraction massique, d'autres pays le seuil de 0,1% de fraction massique.

2.2.4.1. France :

En France le décret n° 96-1133⁷ ne précise aucun seuil de teneur en fibres d'amiante en deçà duquel un matériau ou produit serait interdit, ce qui signifie que la présence d'amiante est absolument interdite.

2.2.4.2. Allemagne :

La mise sur le marché ou l'usage de produits contenant de l'amiante sont interdits depuis l'ordonnance sur la protection contre les substances dangereuses du 23 décembre 2004⁸. Ce seuil est déterminé par microscopie électronique à balayage électronique (MEBA) (Verfahren zur analytischen Bestimmung geringer Massengehalte von Asbestfasern in Pulvern, Pudern und Stäuben mit REM/EDX (Kennzahl 7487), 1997).

Une teneur inférieure à un seuil de 0,1% de fraction massique est tolérée pour *"l'extraction, la préparation, le façonnage et le réemploi matériaux minéraux naturels et de produits manufactures à partir de ceux-ci"*.

Sans doute convient-il de mettre ce seuil en rapport avec la classification de la législation européenne sur les déchets dangereux, classification dans laquelle l'amiante est inclus si sa proportion massique y est de 0,1%. En effet l'Annexe III de la Directive 91\689\EEC inclut les déchets présentant les caractéristiques suivantes :

- une ou plusieurs substances classées comme très toxiques à une concentration de $\geq 0,1\%$;
- une substance reconnue comme carcinogénique de catégories 1 ou 2 à une concentration de $\geq 0,1\%$;
- une substance reconnue comme carcinogénique de catégorie 3 à une concentration de $\geq 0,1\%$;

Cette annexe III de la Directive 91\689\EEC a, depuis, été modifiée par le règlement n° 1357/2014 relatif à la dangerosité des déchets mais sans modifier ces seuils de concentration.

2.2.4.3. Italie :

L'usage de l'amiante est interdit en Italie depuis 1992. Le décret ministériel du 14 mai 1996⁹ définit un indice de libération de fibres permettant d'évaluer le risque lié à la manipulation de la serpentinite, roche métamorphique présente en abondance dans la chaîne des Alpes et contenant de la serpentine.

⁷ Décret n° 96-1133 du 24 décembre 1996 relatif à l'interdiction de l'amiante, pris en application du code du travail et du code de la consommation :

<https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000000734637>

⁸ Verordnung zum Schutz vor Gefahrstoffen (Gefahrstoffverordnung – GefStoffV) vom 23 Dezember 2004

⁹http://www.appa.provincia.tn.it/binary/pat_appa/database_normativa_ambiente/24_DM_14_05_1996_1373293306.pdf

Le décret s'applique aux matériaux d'origine naturelle extraits et l'objectif est d'évaluer le contenu libérable d'amiante en fonction du contexte. La stratégie proposée par le décret est la suivante :

- analyse du gisement : évaluation de la présence d'amiante ;
- en cas de présence d'amiante, détermination de la teneur en fibres par analyse pétrographique du gisement ;
- mesure du contenu libérable d'amiante via un essai d'usure mécanique du matériau. L'indice de libération est défini comme le rapport entre le pourcentage de fibres libérées lors de l'essai d'abrasion et la densité relative de l'échantillon.

Les conditions expérimentales de l'essai d'usure mécanique diffèrent selon les dimensions du matériau (granulats, enrochement ou dalle en pierre).

Selon le décret, le matériau est considéré comme dangereux si l'indice de libération est supérieur ou égal à 0,1.

2.2.4.4. Japon :

La manufacture, l'importation, le transport, la fourniture et l'usage de toute forme d'amiante, de préparations amiantées ou de tout matériau contenant de l'amiante à plus de 0,1% en masse sont interdits depuis le 1er mars 2012. Cette interdiction est considérée comme une exclusion totale de l'usage de l'amiante. Aucune exception même pour l'usage militaire n'est autorisée. L'exposition accidentelle à l'amiante n'est pas tolérée, de même que la contamination à l'amiante d'origine naturelle (Furuya et al., 2013).

Les produits contenant un rapport massique de plus de 0.1% d'amiante sont donc soumis à une réglementation spécifique. Ce rapport massique était de 5% en 1975 et avait déjà été abaissé à 1% en 1995 (Summary of countermeasures against asbestos in Japan, 2011).

2.2.4.5. USA :

Aux Etats-Unis, le seuil de 1% a été introduit en 1973 pour permettre l'utilisation de matériaux se situant sous ce seuil. L'US EPA (US Environmental Protection Agency) reconnaît que ce seuil a été utilisé par les gestionnaires de sites comme seuil de déclenchement de la protection des travailleurs sans que ce seuil soit fondé sur une évaluation de risques. L'US EPA recommande aujourd'hui d'évaluer le potentiel d'émissivité des matériaux (ANSES, 2015).

A cet égard, la discussion de la réforme de 2012 du contrôle de la pollution de l'air et de la Réglementation de l'amiante de l'Etat de Massachusetts (2012 Regulatory Reform: Amendments to Air Pollution Control and Asbestos Regulations. Response to comments., 2014) est intéressante parce qu'elle illustre bien l'enjeu de la discussion d'un seuil.

Concernant le seuil de teneur en amiante d'un matériau, le département de protection de l'environnement du Massachusetts (MassDEP, pour Massachusetts Department of Environmental Protection) retient l'expression de « 1% or more » plutôt que celle de « *greater than 1%* » du U.S. Asbestos Hazard Emergency Response Act (AHERA), du U.S. Toxic Substances Control Act (TSCA), et du Federal Asbestos NESHAP, OSHA and 453 CMR 6.00 ceci pour étendre le niveau de protection environnementale. De même le MassDEP supprime le mot « friable » de sa définition pour définir de la même façon un matériau amiantifère, qu'il soit friable ou non, ceci pour éviter qu'il soit interprété que la réglementation s'adresse aux seuls matériaux friables (Response to comment 8).

Sur cette question de la friabilité, le MassDEP étend la définition de la nature friable d'un matériau : là où Asbestos NESHAP définit « un matériau amiantifère friable comme tout matériau contenant plus de 1% d'amiante qui lorsqu'il est sec peut être émiétté, pulvérisé ou réduit en poudre par pression de la main », le MassDEP le définit ainsi : tout matériau contenant de l'amiante (ACM) qui sec, peut être émiétté, brisé, pulvérisé ou réduit en poudre par pression de la main ou tout matériau contenant de l'amiante non-friable qui a été soumis à sablage, broyage, sciage ou abrasion ou qui a été émiétté, brisé ou pulvérisé par des moyens mécaniques tels que, mais non limités à, des excavateurs, des bulldozers, des équipements lourds ou tout autre outils à main et/ou électrique » .(response to comment 23)

Le MassDEP n'a pas adopté les termes du Federal Asbestos NESHAP (National Emission Standards for Hazardous Air Pollutants) dans sa réglementation sur l'amiante parce que le MassDEP réglemente

un ensemble plus large de matériaux et les réglemente plus strictement que ne le fait l'EPA avec federal asbestos NESHAP. Les termes du MassDEP sont définis de manière à procurer une plus grande protection à la santé publique et à l'environnement en s'assurant que les matériaux amiantifères friables et non friables sont pleinement réglementés (response to comment 30).

Le 1^{er} juin 2018, l'US EPA a décidé d'alléger le cadre réglementant l'usage de l'amiante en proposant une SNUR (Significant New Use Rule). Cette règle pourra éventuellement permettre la fabrication de nouveaux produits manufacturés contenant de l'amiante après évaluation des risques au cas par cas par l'agence de protection de l'environnement.

2.2.4.6. Conclusion :

Avec cette question de la friabilité, le MassDEP introduit la *notion d'émissivité des fibres* à partir d'une matrice solide. Le MassDEP rejoint ici la réflexion de L'US EPA (US Environmental Protection Agency) qui reconnaît que ce seuil a été utilisé par les gestionnaires de sites comme seuil de déclenchement de la protection des travailleurs sans que ce seuil soit fondé sur une évaluation de risques. Cependant, La relation entre la teneur en amiante et l'émissivité (capacité à émettre des fibres) est complexe du fait de la nature même du matériau d'un côté et du type de contrainte mécanique ou autre qui lui est appliquée de l'autre. Des méthodes d'évaluation de l'émissivité en fibre des matériaux sont aujourd'hui en cours de mise au point aux Etats Unis, en Italie ou encore en France (voir chapitre 3.3).

2.2.5. Protection des travailleurs

2.2.5.1. En France

Les mesures de protection des travailleurs contre les risques liés à l'inhalation de poussières d'amiante relèvent du code du travail.

Le décret n° 2012-639¹⁰ du 4 mai 2012 introduit dans le code du travail des dispositions spécifiques concernant les activités de retrait et d'encapsulage¹¹ d'amiante et les travaux sur les matériaux ou matériels pouvant libérer des fibres d'amiante. Il précise « les modalités selon lesquelles la protection des travailleurs contre les risques d'exposition à l'amiante est assurée, notamment en ce qui concerne la détermination de la valeur limite d'exposition professionnelle, les conditions du contrôle du respect de cette valeur limite ainsi que les modalités de mesurage des empoussièrtements. Le décret fixe, en outre, les règles techniques, les moyens de prévention collective et les types d'équipements individuels nécessaires à la protection des travailleurs contre ces expositions. Il prévoit, par ailleurs, un dispositif unique de certification des entreprises d'encapsulage ou de retrait de matériaux contenant de l'amiante (notice liminaire) ».

Les nouveaux articles R. 4412-94 à R. 4412-148 se substituent aux anciennes dispositions du décret n° 2006-761 du 30 juin 2006 et complètent les mesures générales de prévention des risques chimiques prévues en cas d'exposition à des agents chimiques dangereux et cancérigènes, mutagènes et toxiques pour la reproduction, à l'exception du contrôle prévu à l'article R. 4412-24 à R. 4412-32 pour les agents chimiques dangereux et R. 4412-76 à R.1244-82 pour les cancérigènes, mutagènes et toxiques pour la reproduction.

Les règles du code du travail applicables aux travaux exposant à l'amiante sont organisées comme suit¹² :

¹⁰ Décret n° 2012-639 du 4 mai 2012 relatif aux risques d'exposition à l'amiante :

<https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000025802482&categorieLien=id>

¹¹ Encapsulage (définition donné par le décret n° 2012-639 du 4 mai 2012) : tous les procédés mis en œuvre, tels que encoffrement, doublage, fixation par revêtement, imprégnation, en vue de traiter et de conserver, de manière étanche, l'amiante en place et les matériaux en contenant afin d'éviter la dispersion de fibres d'amiante dans l'atmosphère

¹² Les règles en matière de protection des travailleurs portent donc sur la distinction entre les notions de retrait / encapsulage d'une part (travaux dit de « sous-section 3 » définis dans l'article R4412-94 du Code du Travail) et d'interventions sur matériaux amiantés (travaux dits de « sous-section 4 » définis dans l'article R4412-94 du Code du Travail). Le Ministère du travail a proposé un logigramme qui permet de visualiser cette distinction :

http://travail-emploi.gouv.fr/IMG/pdf/logigramme_amiante_ss3_ss4_immeubles_dgt_040315.pdf

- Dispositions communes à toutes les opérations comportant des risques d'exposition à l'amiante (sous-section 2) ;
- Dispositions spécifiques aux travaux d'encapsulage, de retrait de l'amiante ou d'articles en contenant et de démolition (sous-section 3) ;
- Dispositions particulières aux interventions sur des matériaux ou appareils susceptibles de provoquer l'émission de fibres d'amiante (sous-section 4).

Des arrêtés complètent ces dispositions réglementaires en ce qui concerne la formation des travailleurs exposés à l'amiante, la protection collective et individuelle, la certification des entreprises réalisant des travaux d'encapsulage et de retrait, l'accréditation des laboratoires réalisant des contrôles des niveaux d'empoussièrément en vue de la vérification du respect de la valeur limite d'exposition professionnelle.

Le décret n° 2012-639 du 4 mai 2012 précise que dans le cadre de l'évaluation des risques, prévue aux articles L. 4121-3 et L. 4531-1, le donneur d'ordre joint les dossiers techniques prévus aux articles R. 1334-29-4 à R. 1334-29-6 du code de la santé publique et R. 111-45 du code de la construction et de l'habitation aux documents de consultation des entreprises.

Pour les opérations ne relevant pas des articles R. 1334-29-4 à R. 1334-29-6 du code de la santé publique et R. 111-45 du code de la construction et de l'habitation, le donneur d'ordre joint aux documents de consultation des entreprises tout document équivalent permettant le repérage des matériaux contenant de l'amiante, y compris ceux relevant de ses obligations au titre de l'article L. 541-1 du code de l'environnement.

Au vu des informations qui lui ont été données, l'employeur réalise son évaluation des risques, conformément à l'article L. 4121-2.

2.2.5.2. En Europe

Dans la perspective de la protection des travailleurs contre les risques liés à une exposition à l'amiante, la directive 2003/18/CE¹³ (modificative de la directive 83/477/CEE) interdit « *les activités qui exposent les travailleurs aux fibres d'amiante lors de l'extraction de l'amiante, de la fabrication et de la transformation de produits d'amiante ou de la fabrication et de la transformation de produits qui contiennent des fibres d'amiante délibérément ajoutées, compte tenu de leur niveau d'exposition élevé et difficile à prévenir.* (article 5) »

Les activités de traitement et de mise en décharge des produits résultant de la démolition et du désamiantage sont exceptées de cette interdiction (article 5). Comme cette protection s'applique à tous les travailleurs, les exceptions prévues pour les secteurs maritime et aérien devraient être supprimées (article 5).

L'article 8 précise que « *les employeurs veillent à ce qu'aucun travailleur ne soit exposé à une concentration d'amiante en suspension dans l'air supérieure à 0,1 fibre par cm³ mesurée par rapport à une moyenne pondérée dans le temps sur 8 heures (TWA) [Time Weighted Average].* » Sur cette question de la teneur en fibre de l'air, le considérant 10 note que « *compte tenu des connaissances techniques les plus récentes, il y a lieu de mieux définir la méthodologie de prélèvement des échantillons pour la mesure de la teneur en amiante de l'air ainsi que la méthode de comptage des fibres.* »

La directive 2009/148/CE¹⁴ du Parlement Européen en considérant (3) que « *les connaissances scientifiques actuellement disponibles ne permettent pas d'établir un niveau au-dessous duquel les risques pour la santé n'existent plus, mais en réduisant l'exposition à l'amiante, on diminuera le risque de produire des maladies liées à l'amiante. Il est dès lors nécessaire de prévoir l'élaboration de*

¹³ Directive n° 2003/18/CE du 27/03/03 modifiant la directive 83/477/CEE du Conseil concernant la protection des travailleurs contre les risques liés à l'exposition à l'amiante pendant le travail : <http://sstie.ineris.fr/sites/default/files/gesdoc/pdf/textes/21985/2013-05-22/SSTIE-texte-21985.pdf>

¹⁴ Directive n° 2009/148/CE du 30/11/09 concernant la protection des travailleurs contre les risques liés à une exposition à l'amiante pendant le travail : <http://sstie.ineris.fr/sites/default/files/gesdoc/pdf/textes/21957/2013-05-22/SSTIE-texte-21957.pdf>

mesures spécifiques harmonisées relatives à la protection des travailleurs contre l'amiante. La présente directive comporte donc des prescriptions minimales qui seront revues sur la base de l'expérience acquise et de l'évolution de la technique dans ce domaine. » Cette directive précise les règles de protection et de prévention destinées à limiter ces risques et abroge la directive originelle 83/477/CEE du 19 septembre 1983. Elle codifie et regroupe les modifications qui avaient été successivement apportées à la directive 83/477/CEE (Annexe 2). Cette directive reprend la définition des fibres à prendre en compte.

La directive précise également que seules les fibres ayant une longueur supérieure à 5 µm, un diamètre inférieur à 3 µm et un rapport d'allongement supérieur à 3, doivent être comptées dans l'air ($L > 5 \mu\text{m}$; $D < 3 \mu\text{m}$; $L/D > 3$).

2.2.6. Réglementations spécifiques – cas de la France

2.2.6.1. Routes

C'est dans le cadre de l'évaluation préalable réglementaire (article L. 4121-2 du décret n°2012-639 du 4 mai 2012) que la circulaire du 15 mai 2013¹⁵ de la DGITM (Ministère de l'écologie et du développement durable, Direction générale des infrastructures, des transports et de la mer) vient porter instruction sur la gestion des risques sanitaires liés à l'amiante dans le cas de travaux sur les enrobés amiantés du réseau routier national non concédé notamment au regard de la cartographie des zones amiantés, des modalités d'intervention, de la gestion des déchets, de l'information du personnel et du suivi médical.

En effet, jusqu'à la fin des années 90, les enrobés pouvaient être additionnés d'amiante (principalement du chrysotile) jusqu'à 1% en masse du matériau, pour en prévenir l'usure et la fissuration. Lors des diagnostics impliqués par le décret n° 2012-639 du 4 mai 2012 et la circulaire du 15 mai 2013 de la DGITM, de nombreuses analyses ont aussi révélé la présence d'actinolite non asbestiforme dans les échantillons examinés. Cet actinolite n'a pas été ajouté intentionnellement comme le chrysotile, mais est naturellement présent dans les roches dont proviennent les granulats employés dans les chaussées.

C'est ce constat qui a motivé le rapport d'expertise de l'ANSES « Effets sanitaires et identification des fragments de clivage d'amphiboles issus des matériaux de carrière : Avis de l'Anses » (ANSES, 2015) dont l'une des conclusions est que, « *en l'état actuel des connaissances sur les effets sanitaires, les fragments de clivage des amphiboles non asbestiformes d'actinolite, d'anthophyllite, de trémolite, de grunérite et de riébeckite répondant aux critères dimensionnels des fibres « OMS » ($L > 5 \mu\text{m}$; $D < 3 \mu\text{m}$ et $L/D > 3$) ne doivent pas être distingués de leurs homologues asbestiformes (actinolite-amiante, anthophyllite-amiante, trémolite-amiante amosite et crocidolite) ».*

2.2.6.2. Industries extractives

Les activités des mines et carrières étaient réglementées, jusqu'en juillet 2014 par le Règlement général des industries extractives (RGIE). Le décret n° 2014-802 du 16 juillet 2014 abroge le titre « Amiante » du RGIE qui avait déjà été modifié par le décret n° 2013-797 du 30 août 2013. Ce décret « *rend applicables dans les mines, les carrières et leurs dépendances les règles prévues par le code du travail en matière de protection contre l'amiante, substituées à celles prévues jusqu'alors par le décret n° 80-331 du 7 mai 1980 portant règlement général des industries extractives.* »

2.2.6.3. Déchets

Au pic de l'utilisation de l'amiante en France, entre 1973 et 1975, près de 150 000 t/an d'amiante ont été utilisées et disséminées dans environ 3500 produits dérivés. Si l'amiante est interdit depuis 1997, les quantités d'amiante en place sont encore considérables. Ce gisement était estimé par l'ADEME (ADEME, 1998) en 1998 à 24 millions de tonnes réparties ainsi :

- 13 millions de tonnes de plaques ondulées et plaques profilées diverses ;

¹⁵ Circulaire du 15 mai 2013 portant instruction sur la gestion des risques sanitaires liés à l'amiante dans le cas de travaux sur les enrobés amiantés du réseau routier national non concédé : http://www.bulletin-officiel.developpement-durable.gouv.fr/fiches/BO201311/met_20130011_0100_0025.pdf

- 4 millions de tonnes de tuyaux enterrés et gaines ;
- 3,5 millions de tonnes d'ardoises ;
- 2 millions de tonnes de plaques planes ;
- 1,5 millions de tonnes de plaques support de tuiles.

Les déchets amiantés entrent dans la catégorie des déchets dangereux et sont, de plus, soumis à une réglementation spécifique formalisée dans le Code de la santé publique¹⁶, le Code du travail, le Code de l'environnement et l'Accord européen relatif au transport international des marchandises dangereuses par route (ADR).

L'annexe II de l'article R541-8¹⁷ du Code de l'environnement précise que « si des déchets sont indiqués comme dangereux par une mention spécifique ou générale de substances dangereuses, ces déchets ne sont dangereux que si ces substances sont présentes dans des concentrations (pourcentage en poids) suffisantes pour que les déchets présentent une ou plusieurs des propriétés énumérées à l'annexe I de l'article R. 541-8¹⁸. »

Comme aucune règle en France ne définit un matériau amiantifère (par un pourcentage en masse de fibres dans le matériau), il suffit de la présence d'une fibre pour considérer le matériau comme dangereux au sens de l'annexe II de l'article 548-1 :

H6 "Toxique" : substances et préparations (y compris les substances et préparations très toxiques) qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent entraîner des risques graves, aigus ou chroniques, voire la mort.

H7 "Cancérogène" : substances et préparations qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent produire le cancer ou en augmenter la fréquence.

Cette nomenclature de la dangerosité des déchets du Code de l'Environnement a été modifiée par l'arrêté n° 1357/2014 qui recommande de renommer les propriétés dangereuses des déchets H 1 à H 15 en HP 1 à HP 15 afin d'éviter tout risque de confusion avec les codes des mentions de danger définies par le règlement (CE) n° 1272/2008.

Les déchets amiantés sont donc tous dangereux.

Ce sont la circulaire n° 2005-18 UHC/QC2 du 22 février 2005¹⁹, l'arrêté du 15 février 2016 relatif au stockage des déchets non dangereux et l'arrêté du 12 mars 2012²⁰ relatif au stockage des déchets d'amiante qui règlent l'élimination des déchets amiantés : à l'exception des déchets d'amiante lié à des matériaux inertes et des déchets de terres amiantifères qui sont admis dans les ISDND au conditions des articles 39 et suivants de l'arrêté du 15 février 2016, tous les déchets d'amiantes sont stockés dans des ISDD aux conditions des articles 43 et suivants de l'arrêté du 12 mars 2012.

¹⁶ Décret n° 2011-629 du 3 juin 2011 relatif à la protection de la population contre les risques sanitaires liés à une exposition à l'amiante dans les immeubles bâtis : <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000024114426&dateTexte=20170217>

¹⁷ Annexe 2 à l'article R541-8 du Code de l'environnement : https://www.legifrance.gouv.fr/affichCodeArticle.do;jsessionid=73E3E4C04AF7FB0DCBA851511669F.tpdila10v_3?idArticle=LEGIARTI000006839995&cidTexte=LEGITEXT000006074220&dateTexte=20111219&categorieLien=id&oldAction=&nbResultRech=

¹⁸ Annexe 1 à l'article R541-8 du Code de l'environnement : <https://www.legifrance.gouv.fr/affichCodeArticle.do?idArticle=LEGIARTI000024357155&cidTexte=LEGITEXT000006074220&dateTexte=20111219>

¹⁹ Circulaire n° 2005-18 UHC/QC2 du 22 février 2005 relative à l'élimination des déchets d'amiante lié à des matériaux inertes : http://www.ineris.fr/aida/consultation_document/7531/version_pdf

²⁰ Arrêté du 12 mars 2012 relatif au stockage des déchets d'amiante : <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000025634289&dateTexte=&categorieLien=id>

La Figure 8 ci-dessous récapitule la filière de traitement des déchets d'amiante selon l'arrêté du 12 mars 2012.

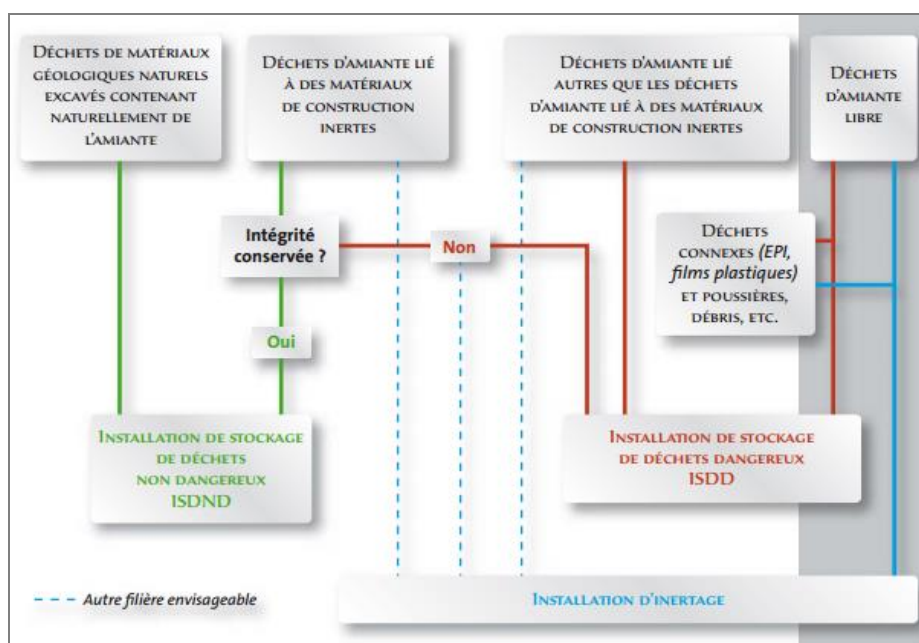


Figure 8 : filière de traitement des déchets amiantés selon l'arrêté du 12 mars 2012 (INRS, 2013)

2.2.6.4. Amiante environnemental

Il existe à présent des arguments scientifiques assez forts pour considérer comme un fait établi que l'exposition environnementale à l'amiante entraîne une augmentation de risque de développer un mésothéliome pleural. Une revue de la littérature menée par l'ANSES (ANSES, 2010) conclut que, malgré des connaissances moindres que pour les expositions professionnelles, l'exposition environnementale à l'amiante induit un effet sanitaire : quelles que soient les sources d'exposition, un excès de risque de mésothéliome est observé en présence d'amiante. Enfin, comme le rappelle une revue de la littérature (Goldberg et Luce, 2009), 20% environ des mésothéliomes des pays industrialisés ne peuvent être expliqués par une cause professionnelle d'exposition à l'amiante.

Les rédacteurs du rapport de la Haute Autorité de Santé (HAS, 2009) précisent pour leur part : « Aucune donnée ne permet d'affirmer qu'il existe un seuil d'exposition au-dessous duquel le risque sanitaire d'une exposition à l'amiante est nul. La notion d'exposition environnementale recouvre des situations très contrastées qui peuvent potentiellement engendrer des expositions cumulées voisines des niveaux d'exposition observés en milieu professionnel. Cependant, l'hypothèse la plus vraisemblable est que le risque sanitaire de l'exposition environnementale à l'amiante est inférieur au risque lié à l'exposition professionnelle à l'amiante. »

Les sources d'exposition environnementale à l'amiante en France peuvent être très variées (Tableau 3) :

- affleurements amiantifères naturels ;
- anciennes industries de production ou de transformation ;
- locaux revêtus d'amiante (flocage, amiante-ciment).

Source de l'exposition environnementale	Données françaises	Données internationales
- Sites géologiques	- 0 et 200 ng/m ³ (100 F/l) - 6,3 à 7 F/l	- 2,5 à 669 F/l - 0,01 à 0,02 f/ml
- Sites industriels	- 1 à 12,9 F/l	- 0,6 à 97,5 F/l
- Exposition rurale et urbaine	- < 7 ng/m ³ (≈ 3,5 F/l) - 0,08 à 0,47 F/l	- 0,1 à 13 F/l.
- Passive à l'intérieur des locaux	- 0,06 et 25 F/l	- 0 à 200 F/l - 0 à 0,0005 f/ml

Tableau 3 : synthèse sur les niveaux d'exposition environnementale à l'amiante

Les rédacteurs du rapport de l'HAS précisent que, selon la source d'exposition, les niveaux d'exposition à l'amiante mesurés aux alentours des sites varient de manière importante et peuvent atteindre des valeurs comparables à celles de l'exposition professionnelle. Ils précisent encore que ces données d'exposition environnementale sont anciennes (antérieures à 1995) et doivent être réactualisées, notamment en France pour les sites pour lesquels il persisterait un risque d'exposition environnementale.

2.2.6.5. Affleurements naturels amiantifères

Si la problématique de l'amiante employé dans la construction a fait l'objet de nombreux travaux, le questionnement induit par les affleurements naturels amiantifères est encore mal exploré. Des affleurements naturels d'amiante existent en France : en France continentale, en Corse et en Nouvelle Calédonie.

L'ANSES (ANSES, 2010) note que les difficultés de mise en œuvre d'actions locales de prévention et de réduction des risques liés aux affleurements naturels d'amiante sont fortement liées à un manque de prescriptions réglementaires spécifiques à la problématique des affleurements naturels d'amiante. Il conviendrait donc de lever les interprétations juridiques d'un dispositif réglementaire principalement articulé sur le code du travail et le code de santé publique destiné à réduire l'exposition à l'amiante des travailleurs et de la population par des textes réglementaires (ex. : modification des textes en vigueur, nouvelles dispositions, etc.) ou non (ex. : circulaires pour des interprétations officielles).

Ces textes doivent être explicites, en intégrant des mesures spécifiques à la présence de terrains amiantifères. Cette évolution permettrait, toujours selon l'ANSES, des actions de contrôles plus homogènes sur le territoire national et une amélioration de la prévention des risques, notamment dans les domaines de l'urbanisme, de la réalisation de travaux de bâtiment et d'aménagement du territoire (BTP) et de la gestion des déblais et des déchets.

De même que pour les mesures d'empoussièrement dans les immeubles bâtis, un cadre réglementaire portant sur l'agrément des organismes habilités à procéder aux mesures (prélèvement/comptage) de la concentration en poussière d'amiante dans l'environnement général extérieur pourrait éventuellement être mis en place afin de garantir aux décideurs la qualité et robustesse des données d'exposition.

Dans les pratiques de gestion des risques liés aux affleurements naturels amiantifères, l'ANSES formule en outre des recommandations concernant :

- la poursuite d'une cartographie des aléas de présence d'amiante et d'émission atmosphérique des fibres ;
- une clarification et une généralisation des restrictions d'accès aux sites d'affleurements naturels ;
- une prise en compte réglementaire de la présence d'amiante naturel dans les documents d'urbanisme de façon à limiter la constructibilité dans la perspective d'une meilleure protection de la population ;
- la mise en œuvre d'une réglementation spécifique concernant les travaux sur site d'affleurements naturels avec mention particulière concernant l'agriculture²¹ ;
- la circulation sur les voies amiantifères (réduction de la vitesse) ;
- la stabilisation et le recouvrement de terrains amiantifères situés à proximité d'habitations ;
- l'amélioration de l'information à destination de la population et des différents acteurs (élus et professionnels) concernés.

2.3. Origine et type de fibres dans les matrices solides

L'étude est consacrée à la caractérisation de l'amiante dans les matrices solides provenant des chantiers de génie civil et de travaux publics (matériaux d'excavation, enrobés routiers) ou de travaux

²¹ Notons que depuis la parution de ce rapport de l'ANSES, l'INRS a fait paraître, en 2013, un Guide de prévention concernant les travaux en terrain amiantifère : Travaux en terrain amiantifère. Opérations de génie civil de bâtiment et de travaux publics : Guide de prévention. Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS), 2013. - 121 p.

de dépollution des terres contaminées (sols, déchets). Ce chapitre a pour objectif de recenser les données disponibles relatives à l'origine et aux types de fibres d'amiante présente dans ces matrices solides afin de lister les problématiques de caractérisation.

2.3.1. Sols, roches, matériaux d'excavation et granulats naturels

Les travaux de génie civil et plus particulièrement le creusement de tunnels dans certains contextes géologiques peuvent nécessiter l'excavation et la manipulation de roche contenant de l'amiante. Ces cas de figures conduisent à la mise en place de mesures particulières pour pallier aux risques sanitaires mais également à la production de matériaux d'excavation contenant de l'amiante qui complique considérablement leur gestion. La rencontre d'amiante dans ces contextes génère le plus souvent des délais et des surcoûts très importants.

De nombreuses roches possèdent une composition chimique conduisant sous certaines conditions à la cristallisation de serpentines ou d'amphiboles et sont donc susceptibles de contenir des formes dérivées fibreuses de ces minéraux qui parfois sont asbestiformes. La détermination des aléas de présence d'amiante naturelle à la surface de sols ou dans des roches repose sur un travail important basé sur des prospections de terrains guidées par des études de cartes et données géologiques.

La sélection des zones suspectées de présence d'amiante reposent généralement sur les indices géologiques suivant :

- présence de roches basiques ou ultrabasiques, également appelées roches ultramafiques ;
- existence d'un métamorphisme de contact entre les roches basiques et les roches sédimentaires ;
- présence de méta-sédiments (roches sédimentaires ayant subi un métamorphisme par élévation de température ou de pression).

Du fait de l'altération et de l'érosion de roches contenant des minéraux amiantifères, certains sols naturels développés sur des roches amiantifères ou à proximité d'un affleurement peuvent contenir des fibres d'amiante (Clinkenbeard et al., 2002).

En France, ce type d'étude a été mené pour des territoires particulièrement exposés à ce type de risque comme la nouvelle Calédonie (Lahondère 2007) et la Haute Corse (Lahondère et al., 2013).

En janvier 2013, le BRGM a rendu public un rapport (Lahondère et al., 2013) dont le but est d'établir, pour la France métropolitaine, une liste aussi exhaustive que possible des carrières potentiellement concernées par la présence d'amiante. Cette étude s'est intéressée aux carrières alors en activité et exploitant des matériaux massifs.

Selon cette étude, les principales zones amiantifères connues en France métropolitaines se trouvent dans la chaîne des Alpes occidentales dont la Haute-Corse constitue la terminaison méridionale. D'autres régions sont cependant aussi concernées : les massifs cristallins externes des Alpes, le Massif Central, les Vosges, le Massif Armoricain et la chaîne des Pyrénées où des affleurements amiantifères sont connus et, pour certains, exploités de manière artisanale.

Le département de la Haute Corse abrite à lui seul 60% des surfaces de roches ultrabasiques du territoire métropolitain. Ces roches ultrabasiques sont des roches magmatiques contenant moins de 45% en poids de SiO₂, holomélanocrate (sombre à très sombre), avec 90%, ou plus, de minéraux ferromagnésiens (Olivine, Clinopyroxène, Orthopyroxène, Amphibole). Ces roches sont souvent très amiantifères quand elles ont été soumises, au cours de leur évolution à des processus hydratant (serpentinisation).

Cette étude du BRGM classe les formations géologiques en quatre niveaux d'aléa :

- la classe d'aléa de niveau 1 correspond aux formations géologiques dans lesquelles aucun indice d'amiante n'est actuellement connu et pour lesquelles la probabilité d'occurrence de minéraux amiantifères est nulle ou pratiquement nulle ;
- la classe d'aléa de niveau 2 correspond aux formations géologiques dans lesquelles des occurrences d'amiante très localisées et exceptionnelles sont connues ;
- la classe d'aléa de niveau 3 correspond aux formations géologiques dans lesquelles les occurrences d'amiante sont plus fréquentes mais encore localisées et non systématiques ;
- la classe d'aléa de niveau 4 correspond aux formations géologiques dans lesquelles des occurrences d'amiante sont très nombreuses à systématiques et pour lesquelles la probabilité d'occurrence de minéraux amiantifères est forte.

Une liste de 50 sites potentiellement préoccupants en terme de présence d'amiante dans les matériaux exploités ou susceptibles de l'être a été établie. Ces sites sont classés pour deux d'entre eux dans l'aléa 4, les autres sont répartis dans les aléas 2 et 3. L'étude indique que le potentiel précis de ces différents sites devra être approfondi dans le cadre d'études spécifiques intégrant des cartographies détaillées à l'échelle de la carrière et par la prise ciblée d'échantillons et la réalisation d'analyses par microscopie optique et/ou électronique et/ou spectroscopiques.

L'amiante d'origine naturelle présente dans les roches peut être de nature très variable et dépend de la géologie du milieu. Les études ne mentionnent pas la nature, le type et les teneurs en amiante des sols et roches étudiés.

2.3.2. Enrobés bitumineux

Les chantiers de travaux publics sont confrontés à la problématique amiante dans les enrobés bitumineux qui sont susceptibles de contenir de l'amiante dont la provenance est de deux types :

- des fibres d'amiante introduites dans les bitumes pour améliorer leurs performances ;
- des fibres d'amiante présentes dans les granulats naturels utilisés dans les enrobés.

2.3.2.1. L'amiante introduit dans les bitumes

Des fibres d'amiante de type chrysotile ont été introduites industriellement dans certains bitumes entre les années 1970 et 1995 pour améliorer les performances mécaniques des enrobés et éviter les remontées de fissures. Les pourcentages introduits sont de l'ordre de 1 à 2%. A l'époque, la production de ce type d'enrobés est estimée à 0,4 % de la production annuelle. A côté de la France, cette pratique a été repérée également en Allemagne et en Amérique du Nord, surtout dans les régions aux hivers rigoureux, le Canada et les états du Nord-Est des Etats-Unis.

Le Tableau 4 suivant indique les possibilités de présomption de présence d'amiante en fonction du type de voie et de la date des travaux :

Type d'infrastructure Nature des voies	Possibilité de présence d'amiante compte tenu du type de voie	Année des travaux
RN et ex RN : voies structurantes / voies rapides	+	- < 1970 et > 1995 : 0 - entre 1970 et 1995 : +
Autoroutes	+	- < 1970 et > 1995 : 0 - entre 1970 et 1995 : +
Routes départementales & voies urbaines / Chaussées de moyens à forts trafics (Blds urbains)	+	- < 1970 et > 1995 : 0 - entre 1970 et 1995 : +
Rues et routes à faibles et moyens trafics : voies communales, rurales, de quartier.	0	
Trottoirs	0	
Surfaces spécifiques : aéroports, aérodromes, (pistes, taxiways), stations-services, dépôts pétroliers	+	- < 1970 et > 1995 : 0 - entre 1970 et 1995 : +
Voiries poids lourds : Industries, commerces, hypermarchés, stockages, aires de manœuvres.	+	- < 1970 et > 1995 : 0 - entre 1970 et 1995 : +
Voiries légères : parkings, places urbaines (faible trafic)	0	

Tableau 4 : possibilités de présence d'amiante en fonction de la nature des voies (guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux (2013))

Les fibres d'amiante ont été notamment utilisées dans la fabrication des procédés d'enrobés COMPOFLEX, MEDIFLEX, RUGOFLEX, DRAINOFLEX et BICOMPOFLEX de l'entreprise SCREG entre 1974 et 1995 dans l'objectif de leur apporter une meilleure tenue à la fatigue et une meilleure résistance à l'orniérage, notamment pour les couches minces et très mince. Le dosage était compris

entre 1 et 2 %. Ces fibres se fixent très étroitement au bitume mais peuvent être libérées lors d'opération de fraisage, rabotage, réemploi de matériaux et carottage des chaussées.

L'INRS a publié, en 2009, un document (INRS, 2009) recensant les produits amiantifères avec, quand il est connu, le type d'amiante, considéré. Voici les données de ce document pour ce qui concerne les enrobés bitumineux :

- COMPOFLEX SCREG Amiante jusqu'en septembre 1995, sans amiante depuis, Chrysotile Béton bitumineux
- DRAINOFLEX SCREG Amiante jusqu'en septembre 1995, sans amiante depuis, Chrysotile Béton bitumineux
- MEDIFLEX SCREG Amiante jusqu'en septembre 1995, sans amiante depuis, Chrysotile Béton bitumineux
- RUGOFLEX SCREG Amiante Béton bitumineux, type d'amiante non précisé

A Paris, le COMPOFLEX et le MEDIFLEX ont été surtout employés pour les chaussées pavées. La quantité globale d'amiante utilisée dans les enrobés durant cette période est connue approximativement mais un recensement géographique exhaustif est difficile, les données n'étant pas toujours disponibles. Par ailleurs, la pratique relativement récente du recyclage des agrégats d'enrobés recyclés rend la présence d'amiante potentiellement possible dans toute chaussée.

2.3.2.2. L'amiante présent dans les granulats naturels

Comme vu au paragraphe 2.3.1, les roches exploitées par certaines carrières contiennent potentiellement des minéraux asbestiformes. En 2013, Lors d'une opération de repérage d'amiante avant travaux, demandé par le Conseil Général des Deux-Sèvres, des analyses identifient pour la première fois des traces d'actinolite dans des granulats naturels d'enrobés (Amiante, l'actinolite empoisonne les TP, 2014). D'autres chantiers comme celui de TEO, la ligne de bus à haut niveau de service de Saint-Brieuc ont rencontré ce type d'aléas conduisant à des retards et de surcoûts très importants (de l'ordre de 30 à 40 %). Cependant, lors d'une contre-expertise, la présence d'actinolite ou son caractère asbestiforme ne sont pas toujours confirmés, ce qui met en évidence les limites des pratiques actuelles en termes de caractérisation d'amiante.

2.3.3. Sites et sols pollués

La problématique amiante en sites et sols pollués peut concerner des contextes très différents et peut avoir des origines différentes :

- sites industriels anciens d'extraction ou de transformation d'amiante ou sites avoisinant ;
- sites industriels anciens ayant mis en œuvre des matériaux amiantés ;
- présence de déchets amiantés enfouis ou non sur les sites (déchets issus de la démolition de bâtiments ou structure ou équipements industriels).

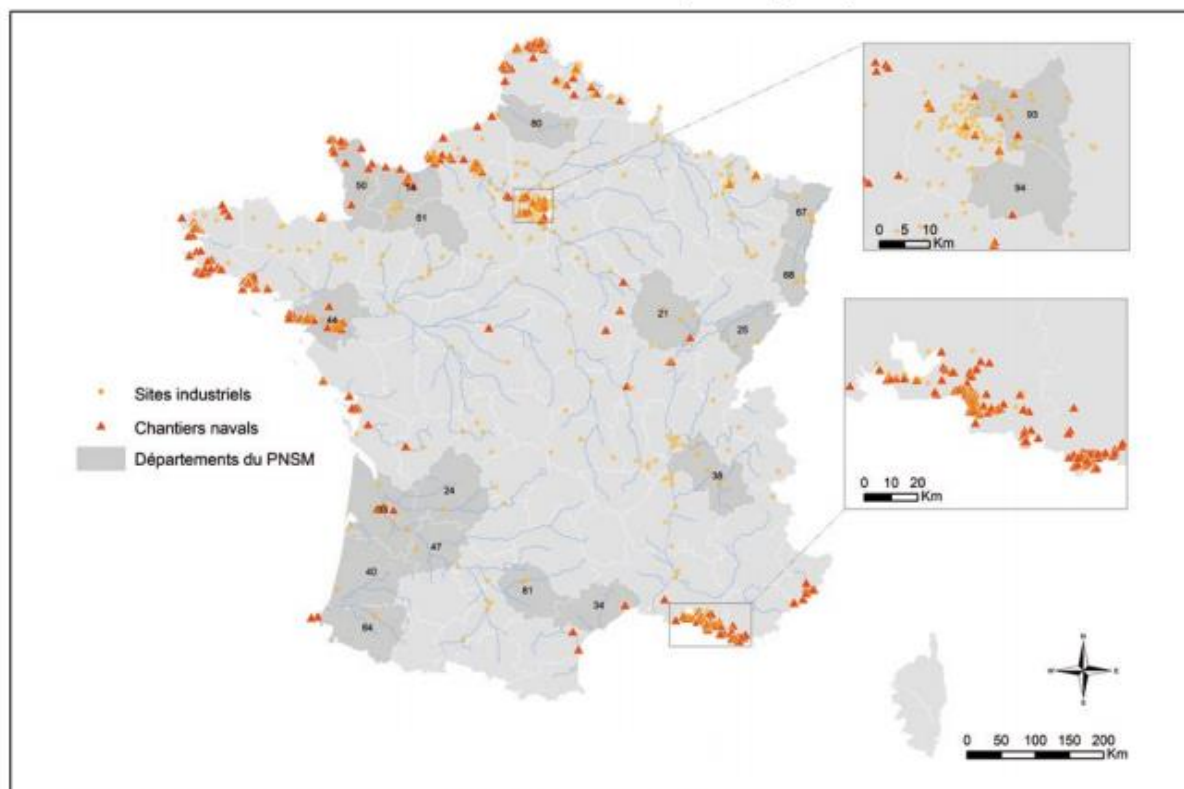
A noter également que, comme vu au paragraphe 2.3.1, les minéraux asbestiformes présents dans certaines roches peuvent également être rencontrés dans les sols et dans les sédiments dérivés de l'altération et de l'érosion de ces roches et que par conséquent la présence d'amiante d'origine naturelle dans les sites et sols pollués est également envisageable.

Du fait de la double origine (naturelle et anthropique) possible de l'amiante dans les sites et sols pollués et des contextes différents que l'on peut rencontrer, la stratégie d'échantillonnage à adopter doit être adaptée.

2.3.3.1. Recensement des sites et sols pollués

Le BRGM a mené un recensement (Dessandier et al., 2001) des principaux sites industriels de production et de transformation d'amiante à partir de la collecte de données existantes sur cette problématique. Ce recensement a été complété lors de l'étude (Vandentorren, 2009) de l'INVS de 2009 qui y a ajouté divers sites et notamment les chantiers navals qui n'avaient pas été pris en compte par le BRGM. Cette étude localise sur une carte l'ensemble des sites recensés (Figure 9).

Industries de transformation de l'amiante en France de 1850 à 2003 et départements du PNSM



Sources : IGN[®]-geoFLA[®], Paris 1999, BRGM, Basias, Basol, Infogreffe, Insee, exploitation INVS, 2008.

Figure 9 : localisation de l'ensemble des sites industriels de production et de transformation d'amiante

Dans la perspective d'un recensement exhaustif, il convient sans doute d'ajouter à ces sites industriels les sites en friche qui ne sont pas directement liés à la transformation de l'amiante mais dont les matériaux des bâtiments en contiennent et dont la dégradation présente un risque de pollution pour l'environnement.

La dangerosité des sites et sols pollués dépend de trois facteurs que sont la nature des fibres présentes, le potentiel d'émission de fibres du site considéré et le potentiel de dispersion des fibres (Exposition environnementale à l'amiante chez les personnes riveraines d'anciens sites industriels et d'affleurements naturels. Choix méthodologiques, analyse des données disponibles, modalités de recueil, 2007).

2.3.3.2. Origine et nature des fibres des sites et sols pollués

A notre connaissance, les recensements ne précisent pas la nature des fibres. Il convient donc, pour connaître la nature de la pollution de chacun des sites ou des sols, de réaliser des opérations de repérage d'amiante via des études de caractérisation et d'identification in situ.

L'origine des fibres utilisées sur ces sites n'est pas non plus documentée par ces recensements.

Certains sites ont fait l'objet d'études plus poussées :

CMMP d'Aulnay-sous-Bois (93) :

L'étude de santé publique (Counil et al., 2007) consacrée à cette usine de broyage et de cardage indique la nature et la provenance des fibres, dont la connaissance a été permise par l'examen des livres de comptes et de vente de l'entreprise.

Ainsi, pour les années 1937 à 1959, l'activité transformait le crocidolite en provenance d'Afrique du Sud.

De 1960 à 1970 ce sont le crocidolite (même provenance) et l'amosite qui sont travaillés.

De 1971 à 1975, ce sont enfin l'amosite et le chrysotile en provenance de la mine de Termignon (73) qui sont travaillés.

Site industriel d'Andouillé (53) :

L'étude d'évaluation d'exposition environnementale (Glorennec et al., 2000) menée sur ce site révèle que ce sont le chrysotile et le crocidolite qui ont été travaillés sur site sans que soient mentionnées les provenances. La caractérisation des échantillons a été effectuée par microscopie optique à lumière polarisée (MDHS 77).

2.3.4. Conclusion sur l'origine et le type de fibres dans les matrices solides

Qu'il s'agisse des carrières, des granulats naturels, des enrobés bitumineux ajoutés d'amiante et des sites et sols pollués, des recensements permettant de connaître l'origine de l'amiante des matrices solides ont été effectués :

- pour les carrières et les granulats naturels et le ballast par le BRGM (Lahondère et al., 2013) ;
- pour les enrobés bitumineux par le Comité de Pilotage national « Travaux Routiers ; Risques Professionnels » compété par le document de l'INRS (INRS, 2009) ;
- pour les sites et sols pollués par le BRGM (Dessandier et al., 2001) dont l'étude a été complétée par l'INRS.

Pour ce qui concerne la nature des fibres, leur connaissance n'est avérée que pour les enrobés bitumineux ajoutés d'amiante par le document de l'INRS (INRS, 2009) qui recense les produits et les fournisseurs.

Pour tous les autres cas (carrières, granulats et ballast, sites et sols pollués), si la présence d'amiante est connue ou peut être présumée, la nature des fibres n'est pas précisée et dépend donc d'études d'identification et caractérisation qui restent à mener in situ.

C'est dans cette perspective de reconnaissance approfondie pour ce qui concerne les travaux souterrains que le guide du CARSAT (CARSAT - Rhône-Alpes, 2016) recommande l'usage et l'interprétation de la cartographie de l'aléa amiante environnemental conduite par le BRGM.

Mais ce document précise les limites de cette cartographie et la nécessité d'une interprétation experte, ainsi que le besoin de recherches géologiques adaptées au projet pour entrer dans le détail de la connaissance des roches traversées.

De la même façon, l'INRS (INRS, 2013) recommande pour les travaux de génie civil en terrain amiantifère la recherche exhaustive des zones amiantifères et des zones polluées par des matériaux contenant de l'amiante (MCA) lors des nécessaires études d'avant-projet.

2.4. Enjeux financiers et en lien avec l'économie circulaire

La problématique amiante et la réglementation française stricte associée entraînent systématiquement une augmentation du coût des chantiers de maintenance, réhabilitation, ou déconstruction. Les surcoûts introduits par la présence d'amiante sont d'origine diverses.

Tout d'abord, en cas de suspicion de présence d'amiante, la réalisation systématique d'un programme de caractérisation en laboratoire peut avoir un coût important. Néanmoins, la réalisation de prélèvements et d'analyses peut permettre de définir précisément les zones concernées par l'amiante et ainsi limiter le coût lié au désamiantage.

La suspicion de présence d'amiante ou encore l'identification de fibres entraîne également un surcoût du fait d'un allongement des délais des chantiers (par exemple, lors de travaux de démolition d'enrobés, le temps de travail des opérateurs est limité à 2 heures consécutives) ou d'un arrêt des chantiers (le coût journalier en cas d'arrêt d'un tunnelier est par exemple d'environ 100 000 €).

Par ailleurs, un mauvais repérage d'amiante avant travaux peut également avoir de lourdes conséquences financières. Une enquête du Syrta (Syndicat du Retrait et du Traitement de l'Amiante et des autres polluants) réalisée en 2012 auprès de ses membres sur les conséquences de repérages avant travaux absents, incomplets ou défailants a permis de mettre en évidence les points suivants :

- 50 millions d'euros de dépassement de budget (surcoût moyen de 64 % par rapport au montant de la commande de base) ;
- 51 arrêts de chantier, représentant 57 % des affaires étudiées ;
- plus de 80 mois de retard cumulés pour la clôture des opérations.

Enfin, la réglementation liée à la gestion des matériaux amiantifères entraîne également un surcoût important. En effet, il est interdit de recycler ou valoriser les déchets contenant de l'amiante, de même qu'il est interdit, depuis 2012, de les envoyer en installation de stockage de déchets inertes. Ils doivent alors suivre le schéma de gestion des déchets amiantés tel que présenté sur la Figure 8 présentée précédemment.

Pour information, les ordres de grandeurs des coûts de mise en centre de stockage sont les suivants :

- ISDI : entre 1 et 8 € la tonne ;
- ISDND : entre 80 et 120 € la tonne ;
- ISDD : entre 300 et 400 € la tonne.

Ces surcoûts importants, engagés dès lors qu'il y a suspicion de présence d'amiante ou présence d'amiante avérée, sont à mettre en relation avec le nombre de chantiers importants réalisés chaque année en France ainsi qu'avec le faible nombre d'échantillons positifs identifiés lors des diagnostics amiante.

Des exemples de diagnostics réalisés sur des enrobés bitumineux par différents maitres d'ouvrage (comme la SNCF ou la RATP) montrent que le nombre d'échantillons positifs identifiés n'excède en général pas quelques pourcents. Le nombre d'échantillons positifs contenant du chrysotile (d'origine anthropique) est quant à lui en général inférieur à 1 %.

3. Etat de l'art : caractérisation des fibres d'amiante dans les matrices solides

3.1. Méthode d'échantillonnage et techniques de prélèvement

La stratégie d'échantillonnage dépend de l'objectif recherché et du contexte de l'étude. Le plan d'échantillonnage à mettre en place sera un compromis entre les objectifs poursuivis, les moyens disponibles et les contraintes sanitaires et environnementales.

3.1.1. Sols, roches, carrières et granulats

Dans le cas des sols, roches ou granulats, il n'existe pas en France de norme ou de documents de référence spécifiques donnant de manière précise la manière et le nombre d'échantillon à prélever et la stratégie à retenir. En fonction des contextes et problématiques (travaux en carrières, sur routes ou en tunnels), la stratégie à mettre en œuvre devra être adaptée. Elle peut s'appuyer sur la démarche générale mise en place pour une étude de sols :

- phase 1 : étude préliminaire (analyse historique, carte géologique, nature pédologique et lithologique des formations rencontrées)
- phase 2 : définition de la stratégie d'échantillonnage en fonction des objectifs visés (niveaux d'information recherché, paramètre cible, etc.)
- phase 3 : élaboration du plan d'échantillonnage
- phase 4 : prélèvements, conditionnement et transport
- phase 5 : préparation des échantillons et analyse en laboratoire

Un rapport d'expertise de l'ANSES (ANSES, 2015) présente un état de l'art des stratégies de prélèvement et d'échantillonnage pour la caractérisation des affleurements naturels d'amiante. Le BRGM (Maton et Maurizot, 2009) précise qu'un échantillon représentatif de roche doit permettre d'identifier le type de fibres d'amiante ainsi que la proportion d'amiante.

La Figure 10 présente les différentes stratégies d'échantillonnage classiquement utilisées et leurs avantages et inconvénients (ANSES, 2015).

Stratégie	Exécution	Avantages	Inconvénients
Expertise	A partir des données disponibles et du jugement d'expert sur la localisation des échantillons.	Simple et rapide.	Pas d'analyse statistique sur les résultats, biais important possible si les hypothèses initiales sont fausses. Transparence moindre.
Aléatoire simple	Répartition des points suivant des localisations tirées au sort.	Méthode objective avec une probabilité de prélèvement égale en tout point et une faible erreur systématique. Adaptée à une cible de petite taille homogène.	Un grand nombre d'échantillons est nécessaire, l'exécution est coûteuse.
Systématique	Répartition des points suivant un maillage régulier prédéterminé. Le maillage peut être carré, rectangulaire ou triangulaire.	La répartition uniforme des points permet de connaître précisément la répartition spatiale et/ou temporelle du polluant, de calculer la moyenne et les percentiles de la concentration et de rechercher d'éventuels points chauds.	Une grille inadaptée peut conduire à des erreurs systématiques (par exemple, la grille coïncide systématiquement avec les points les plus pollués).
Stratifié	Subdivision de la zone d'étude en sous-zones homogènes et répartition des points d'échantillonnage dans chaque zone en fonction des surfaces ou de la variabilité supposée.	La prise en compte de l'existence de « strates » influant sur la répartition du polluant, améliore la précision avec un nombre réduit d'échantillons.	Très sensible aux hypothèses faites lors de la stratification et donc risque d'erreurs si ces hypothèses sont fausses. Nécessite une connaissance importante de la zone d'étude.

Figure 10 : Avantages et inconvénients des différentes stratégies d'échantillonnage (ANSES, 2015)

Le California Department Conservation a élaboré un guide édité en 2002 (Clinkenbeard et al., 2002) qui met l'accent sur deux stratégies d'échantillonnage :

- l'échantillonnage ciblé, basé sur des considérations géologiques qui a pour objectif de confirmer quantitativement la présence d'amiante ;
- l'échantillonnage non ciblé lorsque la présence d'amiante n'est pas particulièrement suspectée (échantillonnage aléatoire simple, systématique ou stratifié).

En cas d'échantillonnage ciblé, les considérations géologiques permettant d'orienter l'échantillonnage sont les suivants :

- présence de veines de minéraux fibreux ou aciculaires dans des affleurements rocheux ;
- zones de métamorphisme de contact dans des roches ultramafiques, des serpentinites et des roches calcaires ;
- présence de sédiments dans une zone de dépression topographique ;
- présence d'une roche ou d'un sol géologiquement caractéristique d'une zone ;
- présence de roches cataclastiques indiquant une zone de déformation ;
- présence de minéraux fibreux ou aciculaires dans une zone de faille.

Les quantités à prélever dépendent de l'hétérogénéité et de la granulométrie des matériaux, le tableau ci-dessous (Figure 11) présente leurs conséquences sur le type d'échantillonnage à privilégier.

	Faible hétérogénéité de distribution (suffisamment concentrée dans l'espace)		Forte hétérogénéité de distribution (grande dispersion)	
	Volume d'échantillon*	Type d'échantillonnage recommandé	Volume d'échantillon	Type d'échantillonnage recommandé
Forte hétérogénéité de constitution et granulométrie grossière	Grand	Aléatoire ou non aléatoire	Grand	Non aléatoire, très souvent ciblé
Forte hétérogénéité de constitution et granulométrie fine	Moyen	Aléatoire (en général, aucun ciblage n'est possible ni nécessaire)	Très grand	Aléatoire (ciblé si on peut identifier les zones contaminées)
Faible hétérogénéité de constitution et granulométrie grossière	Moyen à grand	Aléatoire ou non aléatoire	Moyen à grand	Non aléatoire ou ciblé
Faible hétérogénéité de constitution et granulométrie fine	Petit	Aléatoire ou non aléatoire	Moyen (est fonction de la granulométrie du milieu)	Aléatoire (à moins de pouvoir identifier une zone contaminée)

Figure 11 : Conséquence de l'hétérogénéité et de la granulométrie sur la stratégie d'échantillonnage à adapter (d'après CEAQ, 2008)

Dans le cas d'une analyse quantitative, le nombre de prélèvements doit être représentatif du site étudié. Plusieurs études préconisent de définir les sites de prélèvements en fonction de leurs usages puis de prélever un nombre défini d'échantillons sur chaque type de site (Anastasiadou et Gidaracos, 2007, US EPA, 2007).

Pour les travaux souterrains, le guide du CARSAT (CARSAT - Rhône-Alpes, 2016), recommande une démarche qui s'appuie sur les cartographies de l'aléa amiante conduite par le BRGM tout en soulignant les limites des données disponibles et l'expertise nécessaire pour l'interprétation de tel document et la nécessité de conduire des études géologiques et la mise en place d'une stratégie d'échantillonnage adaptée (Figure 12).

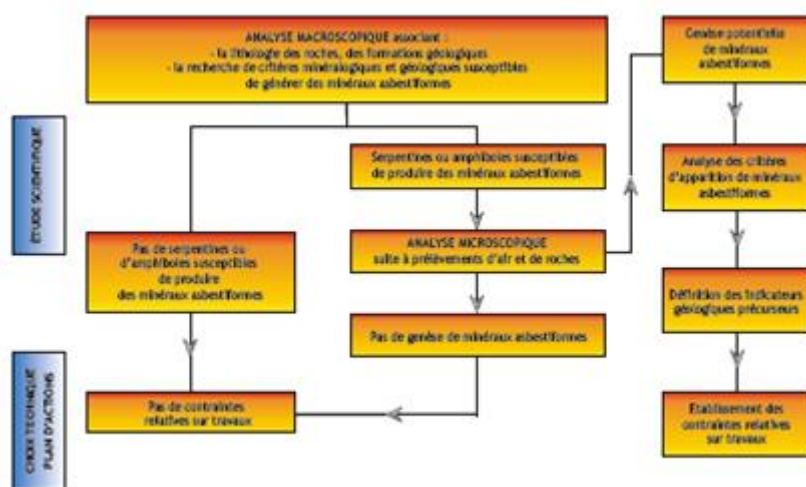


Figure 12 : logigramme pour l'identification et l'évaluation du risque amiante (CARSAT - Rhône-Alpes, 2016)

Pour les granulats, la norme NF EN932-1 décrit les méthodes d'échantillonnage et définit les quantités à prélever pour assurer la représentativité des échantillons.

3.1.2. Enrobés bitumineux

Le Guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux établi sous l'égide du Comité de pilotage national « Travaux Routiers et Risques Professionnels » (2013) porte sur les investigations à mener pour établir l'absence ou la présence d'amiante (ou d'hydrocarbures aromatiques polycycliques, HAP) en teneur élevée dans l'enrobé d'une chaussée.

Le guide donne des informations, dans le cas de la recherche d'amiante, sur les précautions à prendre et les modalités de prélèvements.

Concernant les précautions à prendre, la protection de l'intervenant réalisant les carottages est assurée en suivant les recommandations définies par le décret n° 2012-639 du 4 mai 2012.

En ce qui concerne l'implantation des prélèvements, les recommandations du guide sont les suivantes :

- Homogénéité de la couche de surface et des couches sous-jacentes : deux prélèvements par zone homogène ;
- Hétérogénéité des épaisseurs et/ou des structures : des investigations plus poussées devront être menées afin de déterminer les lots qui pourront être considérés comme homogènes. Un prélèvement par section de 200 m de chaussée est un minimum.

Le guide indique qu'en vue de réaliser des analyses MET sur les enrobés, les prélèvements par carottage doivent être faits de la manière suivante :

- le diamètre des carottes doit être compris entre 40 et 50 mm ;
- la profondeur de carottage correspond à la profondeur de démolition ou de rabotage augmentée de la couche inférieure suivante ;
- les carottes doivent être fractionnées suivant les différentes couches relevées.

3.1.3. Sites et sols pollués, déchets

Le guide d'analyse des sols pollués du BRGM (BRGM, 2001) ne traite pas de la problématique amiante. De même, Les terres qui contiennent de l'amiante sont exclues des guides caractérisation des terres excavées et valorisation des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués du BRGM puisqu'ils sont tournés vers une réutilisation des terres hors-sites (BRGM, 2013 et BRGM, 2017).

Du fait de la présence possible d'amiante d'origine naturelle et d'origine anthropique dans les sites et sols pollués, la stratégie d'échantillonnage doit être établie au cas par cas, en fonction du contexte et des objectifs de l'étude. La réalisation d'une étude préliminaire visant à acquérir des informations sur l'origine possible de l'amiante (analyse historique, carte géologique, nature pédologique et lithologique des formations rencontrées pour l'amiante d'origine naturelle ; situation géographique, procédés mis en œuvre, usagers successifs, pour l'amiante d'origine anthropique) peut permettre de définir une stratégie d'échantillonnage adéquate.

L'échantillonnage et le prélèvement des déchets sont encadrés par la norme NF EN 14899 qui spécifie les étapes procédurales à respecter pour l'élaboration et la mise en œuvre d'un plan d'échantillonnage. Cette norme s'accompagne de 5 fascicules de documentation rédigés comme des guides techniques pour aider les utilisateurs à la mise en application de la norme (FD CEN/TR 15310 partie 1 à 5). La partie 1 traite plus spécifiquement des principes statistiques de l'échantillonnage et propose un certain nombre d'outils statistiques aidant à la conception de programmes d'essai destinés à être appliqués à un échantillonnage dans diverses conditions. La partie 5 donne des conseils relatifs au processus d'élaboration d'un plan d'échantillonnage et traite spécifiquement des décisions stratégiques qui s'imposent en fonction de l'objectif de l'échantillonnage. Ces documents restent généraux et n'apportent pas de précisions pour les cas particuliers de déchets contenant de l'amiante.

En cas de présence de déchets de déconstruction ou déchets industriels issus de produits manufacturés contenant de l'amiante, les pratiques en termes d'échantillonnage et de prélèvements

peuvent être des référentiels relatifs aux diagnostics bâtiments peuvent s'avérer pertinentes. En France, l'annexe A de la norme NF X46-020 relative au repérage des matériaux et produits contenant de l'amiante dans les immeubles bâtis définit les sondages et prélèvements à effectuer pour les matériaux de construction les plus courants susceptibles de contenir de l'amiante. L'annexe B traite des techniques de prélèvements et des quantités à prélever.

Dans le même esprit, L'Health and Safety Executive, autorité compétente en matière d'inspection du travail dans les domaines de la santé et de la sécurité au Royaume-Uni a, par exemple, publié un guide destiné au diagnostic amiante dans le domaine du bâtiment. Le guide propose une méthodologie d'échantillonnage propre aux différents matériaux amiantifères rencontrés (fibrociment, plaques ou tuiles isolantes, etc.). Pour chaque type de matériaux amiantifère, le guide donne des préconisations concernant le nombre d'échantillons à prélever, l'emplacement des prélèvements et le protocole d'échantillonnage.

3.2. Techniques de préparation, d'identification et de quantification de l'amiante dans les matrices solides

Selon la définition de l'amiante, deux conditions doivent être réunies afin qu'une particule soit considérée comme une fibre d'amiante :

- sa morphologie asbestiforme : cristallisation naturelle et unidimensionnelle d'un minéral donnant des fibres. L'organisation Mondiale de la Santé prend en compte les fibres allongées, à bords parallèles, dont le diamètre est inférieur à 3 μm , la longueur supérieure à 5 μm et le rapport d'allongement supérieur à 3.
- sa minéralogie / composition chimique : il existe 6 variétés d'amiante, réparties en deux familles (les amphiboles et les serpentines), qui présentent des compositions chimiques spécifiques.

Il existe différentes techniques d'analyse permettant de caractériser l'amiante dans une matrice solide. Certaines de ces techniques permettent d'obtenir des informations sur la morphologie et la minéralogie des particules (MOLP, MEB, MET) quand d'autres sont axées sur l'une ou l'autre des caractéristiques (MOCP, DRX, etc.) et ne peuvent être utilisées que dans un contexte spécifique ou en complément d'autres techniques.

Par ailleurs, pour ces différentes techniques, plusieurs méthodes de préparation et d'analyse existent permettant une mesure qualitative (identification d'amiante dans la matrice solide, distinction des différentes variétés d'amiante) ou une mesure quantitative.

3.2.1. Préparation des sous échantillons pour essais

3.2.1.1. Homogénéisation et broyage

Les techniques d'analyse utilisées pour la caractérisation des fibres d'amiante dans les matrices solides ne permettent pas la réalisation d'analyses sur échantillon brut. De manière commune aux différentes techniques présentées ci-après, le séchage et une réduction granulométrique des échantillons sont recommandés. Le broyage des échantillons doit permettre leur homogénéisation et la séparation des fibres des autres constituants. Comme pour tout autre type de caractérisation, il permet également de réaliser des échantillons pour essais représentatifs des matériaux initiaux. Cette étape est fondamentale, et plus particulièrement lorsque les teneurs en amiante sont faibles à très faibles.

Il faut cependant noter que cette étape de broyage peut créer des artefacts pour certaines méthodes et peut nécessiter de prendre des précautions particulières. C'est notamment le cas de l'analyse par diffraction des rayons X (DRX), pour laquelle plusieurs études ont montré que le broyage mécanique d'un matériau amiantifère peut altérer le réseau cristallin des fibres d'amiante (Langer et al., 1978, Langer et al., 1974, Occella et Maddalon, 1963, Spurny et al., 1980). Pour remédier à ces artefacts, le protocole de préparation suivant est proposé par Perkins et Harvey, 1993 :

- le matériau doit être réduit à environ 10 μm . Pour cela, un broyeur à billes peut être utilisé à la température de l'azote liquide durant 10 minutes maximum. Cela permet d'éviter l'altération du réseau cristallin ;

- une quantité de 50 à 100 mg d'échantillon est ensuite mise en solution, sous agitation, dans 1 L d'isopropanol ;
- une partie de la suspension est prélevée à la pipette et filtrée sous vide pour analyse par DRX.

Par ailleurs, le cas des enrobés bitumineux est particulier. En effet, la majorité des études (NF ISO 22262-2) et normes indiquent qu'en cas de présence d'amiante, les fibres se trouvent exclusivement dans la partie bitumineuse. Dans ce cas, l'analyse peut être faite après séparation d'un sous échantillon du composant bitumineux.

Si la présence de fibres d'amiante est soupçonnée dans les granulats de l'enrobé bitumineux, le sous-échantillonnage doit être réalisé sans séparation bitume / granulats.

3.2.1.2. Méthode permettant la concentration de l'échantillon en fibres

Dans certains cas, les techniques d'analyse microscopique (MOLP, MOCP, MEB, MET) ne permettent pas d'identifier ou de quantifier les fibres contenues dans une matrice solide en raison d'interférences entre les fibres et d'autres constituants, d'une distribution inhomogène des fibres dans la matrice ou d'une teneur en fibres trop faible par rapport aux limites de détection. Des méthodes de préparation d'échantillons ont été développées, permettant de surmonter ces difficultés.

Des méthodes de réduction gravimétriques de la matrice solide sont référencées (ISO 22262-1, ISO 22262-2, Perkins et Harvey 1993, etc.). Elles permettent d'éliminer une grande partie de constituants autres que l'amiante dans l'échantillon analysé. De cette manière, les fibres amiantifères représentent une fraction massique plus élevée dans le résidu final après traitement. Trois méthodes de réduction gravimétrique sont décrites dans la littérature :

- calcination : la calcination de l'échantillon à une température comprise entre 300 et 500°C (Perkins et Harvey, 1993) permet d'éliminer les constituants organiques de nombreuses matrices solides. A noter que la température de 500°C correspond à la température à laquelle le chrysotile commence à se dégrader. La norme ISO 22262-2 recommande de calciner l'échantillon à 450°C durant 4h afin d'éliminer les constituants organiques de nombreux matériaux sans affecter les propriétés optiques du chrysotile. Elle indique que ce type de traitement peut entraîner la modification de la couleur et des propriétés optiques de l'amosite et de la crocidolite, ce qui peut poser des problèmes pour l'analyse par MOLP, mais que la composition chimique des différentes variétés d'amiante n'est pas affectée. Leur identification et leur quantification par MEB ou MET est donc possible après traitement ;
- traitement à l'acide chlorhydrique : les constituants tels que la calcite, le gypse ou la portlandite peuvent être éliminés par dissolution à l'acide chlorhydrique. La norme ISO 22262-2 indique que le traitement à l'acide modifie légèrement les indices de réfraction du chrysotile, ce qui doit être pris en compte lors de l'analyse de l'échantillon par MOLP. Le traitement n'affecte pas les propriétés optiques des autres variétés d'amiante ;
- sédimentation : la norme ISO 22262-2 indique que l'enrichissement peut être poursuivi par sédimentation. Cela permet d'éliminer d'éventuels gros grains de sable ou gros granulats résiduels après traitement à l'acide.

Selon les matrices solides, les trois méthodes de réduction gravimétrique peuvent être utilisées successivement. Après le traitement à l'acide (éventuellement suivi d'une séparation par sédimentation), un système de filtration sous vide avec filtre membrane en ester de cellulose mélangé ou en polycarbonate permet de récupérer le résidu non éliminé pour analyse.

3.2.1.3. Fraction libérable de fibres

Les risques sanitaires induits par la présence de fibres d'amiante dans une matrice solide sont, a priori, liés à la fraction libérable de fibres lors de manipulations ou d'interactions avec l'environnement (air, eau, etc.) sur ces matériaux. Différentes études, détaillées dans le chapitre 3.3., visent à caractériser et quantifier cette fraction de fibres libérables. Les différents matériaux étudiés sont en général soumis à des essais d'usure mécaniques représentatifs de l'environnement du matériau et les

fibres libérées sont identifiées et quantifiées. La caractérisation de ces fibres émises peut, en général, être assimilée à la caractérisation de fibres dans l'air.

Dans le cadre d'une de ces études, Bellopede et al., 2009 ont développé une méthode de prélèvement et d'échantillonnage des fibres suite à la réalisation d'un essai d'abrasion tel que décrit dans le décret ministériel du 14 mai 1996 (Italie, voir 2.2.4.6). Le protocole d'essai doit permettre d'optimiser la détermination de la teneur en fibres amiantifères émises par le matériau rocheux étudié. Les différentes étapes du protocole adopté lors de l'étude sont décrites ci-après :

- l'échantillon de roche amiantifère est soumis au test d'abrasion tel que décrit par le décret ministériel du 14 mai 1996 (voir 3.3.2) ;
- l'échantillon, sous forme de poudre, est ensuite récupéré et séparé en trois classes granulaires par tamisage :
 - o classe supérieure : > 0,6 ou 0,3 mm,
 - o classe intermédiaire : > 0,075 ou 0,050 mm,
 - o classe inférieure : < 0,075 ou 0,050 mm,

L'objectif d'une telle séparation est de faciliter l'analyse de l'échantillon par microscopie optique à contraste de phase (MOCP) ;

- chaque classe granulométrique est ensuite séparée en deux fractions (une fraction fibreuse et une fraction granulaire) par « sédimentation » : l'opération consiste à placer chaque classe sous agitation mécanique dans 200 ml d'eau, ce qui a pour effet de séparer les fibres (en surface de la solution) des grains et cailloux (au fond du contenant). Les fibres sont ensuite prélevées sur un filtre à membrane en nitrate de cellulose par filtration sous vide. L'opération est répétée tant que des fibres sont observées dans la solution ;
- la fraction fibreuse et la fraction granulaire de chaque classe granulométrique sont ensuite analysées par MOCP de manière à évaluer l'efficacité du processus de séparation et à estimer la teneur en fibres dans le matériau.

3.2.2. Analyse de l'amiante dans les matrices solides

Plusieurs techniques d'analyse peuvent être utilisées pour la caractérisation de fibres d'amiante dans une matrice solide. Les techniques les plus utilisées sont la microscopie optique en lumière polarisée (MOLP), la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie électronique en transmission (MET). La microscopie optique à contraste de phase (MOCP) est utilisée pour la caractérisation des fibres dans l'air. D'autres techniques, dont l'utilisation dans ce contexte est plus marginale, peuvent venir compléter ces analyses microscopiques (diffraction des rayons X, spectrométrie infrarouge, spectrométrie Raman, etc.).

La toxicité de l'amiante étant liée à la longueur et à la largeur des fibres, les méthodes d'analyses sont utilisées pour fournir des données sur ces paramètres ainsi que sur la quantité de fibres et le type de fibre (Strohmeier et al., 2010). Pour chacune des techniques citées précédemment, différents modes opératoires peuvent être mis en pratique de manière à obtenir ces données.

Au cours de ce chapitre seront présentés, pour chaque technique d'analyse, le principe et les différents modes opératoires utilisés dans la littérature, le type de résultats fournis, ainsi que les avantages et les inconvénients de chaque technique.

3.2.2.1. Techniques microscopiques

3.2.2.1.1. PRINCIPE DES DIFFERENTES TECHNIQUES

3.2.2.1.1.1. Microscopie optique à contraste de phase (MOCP) :

Le microscope optique à contraste de phase est un microscope qui exploite les changements de phase de la lumière traversant un échantillon. Il est très utilisé en bactériologie du fait de la possibilité d'observer des échantillons transparents tels que les cellules.

Dans un microscope à contraste de phase, deux dispositifs appelés anneaux de phase sont placés l'un dans le condensateur (système qui focalise la lumière sur l'objet) et l'autre dans l'objectif. Au niveau de l'anneau placé dans l'objectif, le faisceau diffusé par l'échantillon traverse une plus grande épaisseur que le faisceau direct. Cela crée un déphasage et un phénomène d'interférence entre les deux faisceaux. Ces interférences permettent de construire une image de l'échantillon au niveau du détecteur.

La microscopie optique à contraste de phase est utilisée pour la caractérisation des fibres d'amiante dans l'air depuis le début des années 1970 (Strohmeier et al., 2010, Azari et al., 2014) et jusqu'en 2012 en France. La méthode du filtre à membrane avec analyse par MOCP s'est imposée comme la méthode de référence pour les évaluations professionnelles des expositions.

3.2.2.1.1.2. Microscopie optique en lumière polarisée (MOLP) :

Le microscope polarisant est un instrument d'optique muni de 2 filtres spéciaux appelés polariseur et analyseur pour l'observation et l'identification des minéraux. Il utilise pour cela les propriétés optiques des cristaux qui modifient les caractéristiques de la lumière qui les traversent.

Lorsque le polariseur et l'analyseur sont croisés, c'est-à-dire perpendiculaires l'un par rapport à l'autre, la lumière sortant du polariseur est arrêtée par l'analyseur : il y a extinction. Aucune lumière n'est visible dans l'oculaire. Lorsqu'un cristal est placé entre le polariseur et l'analyseur, ce cristal dévie la lumière polarisée issue du polariseur et modifie ses caractéristiques. L'analyseur agit ensuite sur la lumière polarisée en modifiant les teintes, qui sont ainsi caractéristiques du cristal observé. Ces couleurs de polarisation servent de « signature » pour identifier les minéraux.

La microscopie optique en lumière polarisée est depuis longtemps utilisée en pétrographie pour l'observation des minéraux dans les roches. Cette technique est utilisée pour la réalisation d'analyses quantitatives dont la détermination de la teneur en amiante dans les sols, les roches ou les matériaux de construction.

La méthode d'analyse par MOLP convient à l'analyse de tous les matériaux contenant de l'amiante et permet, en général, de distinguer les fibres d'amiante et les fragments de minéraux de forme allongée. La caractérisation d'un minéral est basée sur ses propriétés morphologiques et cristallographiques (propriétés optiques) propres (NF ISO 22262-1)

3.2.2.1.1.3. Microscopie électronique à balayage (MEB) :

La microscopie électronique à balayage peut être utilisée pour l'analyse des prélèvements d'air et de matériaux. Cette technique repose sur l'exploitation des interactions électrons-matière. En MEB, un faisceau focalisé d'électrons accélérés par une tension de 0,5 à 30 kV balaie point par point et ligne après ligne la surface d'un échantillon. Diverses interactions entre les électrons incidents (primaires) et la matière génèrent ensuite différents signaux utilisés pour l'imagerie (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, cathodoluminescence) et pour la microanalyse chimique élémentaire (rayons X). Des détecteurs appropriés, tels que des détecteurs d'électrons spécifiques (secondaires, rétrodiffusés...) et des détecteurs de photons X, permettent de recueillir des signaux significatifs lors du balayage de la surface et d'en former diverses images significatives (images en contraste chimique ou topographique) et des spectres de microanalyse.

Les interactions entre le faisceau électronique incident et les atomes de la surface de l'échantillon génèrent des photons X, provenant d'une transition électronique au sein du nuage électronique des atomes. Chaque photon X possédant une énergie caractéristique peut alors être collecté par un détecteur dédié, son énergie (mesurée en eV) permettant d'identifier spécifiquement l'atome qui l'a émis. Chaque photon détecté est donc attribué et il est ainsi possible de procéder à une analyse chimique qualitative (voire semi-quantitative dans certains cas) localisée (volume analysé de l'ordre du μm^3) de la surface d'un échantillon.

L'identification des fibres porte sur l'aspect morphologique et l'analyse par rayons X en dispersion d'énergie (NF ISO 22262-1, NF ISO 22262-2). La classification d'une particule fibreuse est basée sur l'acquisition d'un spectre EDS et sur sa comparaison à des spectres de référence. La microscopie

électronique à balayage permet d'identifier les fibres contenues dans une matrice solide et de distinguer les fibres amiantifères des particules fibreuses telles que les fragments de clivage.

S'agissant de la micro-analyse, qui peut être effectuée notamment à l'aide d'un spectromètre dispersif en énergie de rayons X (système EDS ou EDX) associé au MEB ou au MET, il est à noter que les résultats obtenus peuvent être sensiblement affectés par divers paramètres : qualité du détecteur, temps de collection des photons, orientation relative de la particule par rapport au détecteur, orientation de la particule par rapport aux barreaux de cuivre de la grille de microscopie, orientation par rapport à d'autres particules et épaisseur de la particule. Pour minimiser ces biais, il est impératif de préserver et maintenir le détecteur dans la meilleure configuration possible et de comparer les spectres des particules inconnues à des spectres de références acquis dans les mêmes conditions. Même en prenant toutes ces précautions, l'analyse EDX est à considérer comme une analyse semi-quantitative en raison d'un rapport signal/bruit généralement élevé, de sa faible résolution en énergie (chevauchements de pics), de la présence d'un signal X émis par la grille de cuivre (voire de pièces du MET), de la différence d'épaisseur de l'échantillon par rapport à la référence et de son incapacité à détecter les éléments légers. (ANSES, 2015)

Equipée d'un accessoire en électrons transmis, elle peut être utilisée en complément d'une analyse MET pour observer des objets repérés sur la grille de microscopie et en acquérir une image en électrons secondaires pour l'obtention d'un contraste topographique. (ANSES, 2015)

3.2.2.1.1.4. Microscopie électronique en transmission (MET) :

La microscopie électronique en transmission est utilisée pour l'analyse des prélèvements d'air et des matériaux. La technique est proche, dans son principe, de la microscopie optique en lumière visible. Cependant, la longueur d'onde associée au faisceau d'électrons étant beaucoup plus faible ($< 5.10^{-3}$ nm) que celle de la lumière visible, la résolution en microscopie électronique s'en trouve nettement améliorée. Cette technique repose sur l'interaction des électrons avec la matière et la détection des électrons ayant traversé l'échantillon (électrons transmis et électrons diffusés). La distinction entre les électrons transmis et les électrons diffusés permet de créer le contraste des images au MET.

Le MET permet une analyse morphologique, structurale et chimique d'échantillons solides à l'échelle atomique. Elle est ainsi considérée comme la technique la plus fiable pour l'analyse de l'amiante en raison de son pouvoir de résolution très élevé, de la possibilité d'obtenir une information en diffraction d'électrons et pour ses possibilités d'analyse chimique (Walton, 1982) (Santee et Lott, 2003). La technique permet également l'acquisition de spectres EDS et donc l'identification des variétés de fibres par comparaison avec des spectres de référence.

Par ailleurs, la diffraction électronique (SAED pour selected area electron diffraction) est souvent réalisée par microscopie électronique en transmission. La technique permet d'obtenir la figure de diffraction résultant du bombardement d'un grain ou d'une particule par des électrons. La figure de diffraction étant propre à une structure cristalline, il est possible d'identifier des particules inconnues par comparaison avec la figure de diffraction d'espèces minérales connues.

En France, cette technique est utilisée pour le dénombrement de fibres d'amiante dans l'air et pour la recherche d'amiante dans les matériaux quand la MOLP ne suffit pas (NF X 43-050).

3.2.2.1.2. SPECIFICITES DES METHODES MICROSCOPIQUES

Les méthodes d'analyse microscopiques sont les méthodes de référence pour la caractérisation de l'amiante, notamment dans une matrice solide. Seules les techniques microscopiques permettent d'analyser la morphologie des particules ainsi que leur minéralogie grâce à l'analyse des interactions rayonnement / matière.

Les possibilités intéressantes qu'offrent ces techniques sont à mettre en regard avec leur grande complexité. Leur utilisation nécessite des compétences avancées et les résultats issus de l'analyse de la morphologie des fibres (identification et quantification des fibres) sont très dépendants de l'opérateur. Les techniques microscopiques ne semblent pas adaptées à une caractérisation en routine de l'amiante. Ces particularités rendent l'utilisation des techniques microscopiques pour la caractérisation des fibres d'amiante complexe.

3.2.2.1.3. METHODES DE PREPARATION SPECIFIQUES AUX TECHNIQUES MICROSCOPIQUES

La norme ISO 2226-2, relative à la quantification des fibres d'amiante dans une matrice solide par microscopie, présente différentes méthodes d'analyse qui seront développées plus loin. Pour chaque méthode, la norme donne des recommandations quant à la préparation des échantillons. Les méthodes de préparation et d'analyse présentées sont réalisées sur l'échantillon issu d'une réduction gravimétrique telle que présentée au chapitre 3.2.1.2.

Pour une estimation visuelle de la fraction massique de fibres amiantifères par MEB ou MET, la norme préconise de recourir à un montage par goutte en dispersant une partie de l'échantillon dans de l'éthanol et en évaporant une goutte sur une planchette en carbone ou en béryllium montée sur un porte-échantillon pour l'observation MEB ou sur une grille revêtue de carbone pour l'observation MET.

Pour la détermination de la fraction massique de fibres par comptage de points au MEB, la norme recommande de placer le filtre sur lequel les fibres auront été prélevées sur un porte-échantillon pour MEB et d'évaporer un film en carbone à la surface du filtre.

Concernant la technique de mesurage des fibres par MEB ou MET, la norme préconise de disperser l'échantillon (0,1 à 1 g) dans 20 ml d'éthanol puis de transvaser la suspension dans un bécher et d'ajouter 800 ml d'eau distillée. Les fibres doivent ensuite être récupérées par filtration sous vide sur un filtre en polycarbonate. Une fois sec, le filtre est placé sur un porte échantillon pour analyse.

Enfin, la norme donne des indications sur la préparation d'échantillons pour le comptage de points par MOLP. Deux méthodes sont décrites selon que les fibres ont été prélevées sur filtre en ester de cellulose mélangé ou sur filtre en polycarbonate (prélèvement dans l'air).

Dans le cas du filtre en ester de cellulose mélangé, 100 µl d'un mélange de diméthylformamide, acide acétique glacial et eau distillée sont placés sur une lame de microscope. Le filtre contenant les fibres est ensuite placé au contact du mélange sur la lame. Le tout est mis à sécher à environ 70°C pendant 10 minutes. Ensuite, 30 µl de triacétate de glycérol sont placés sur le filtre puis une lamelle couvre-objet est placée sur le filtre.

Dans le cas du filtre en polycarbonate, le dépôt du filtre est gratté sur une lame de microscope puis une goutte du liquide dont l'indice de réfraction est adapté est déposée sur l'échantillon. Une deuxième lame est ensuite placée au contact de la première, le liquide à indice de réfraction étant au milieu.

Perkins et Harvey, 1993, donnent des indications suivantes pour les méthodes de préparation d'échantillon pour des analyses quantitatives par MOLP ou MET.

- MOLP : après broyage et homogénéisation, les particules sont immergées dans un liquide dont l'indice de réfraction permet aux fibres d'amiante d'être distinguées parmi les autres constituants ;
- MET : une quantité connue d'échantillon doit être dispersée dans un volume précis d'eau distillée. Un prélèvement de la solution doit ensuite être filtré (filtre en ester de cellulose mélangé ou en polycarbonate) ;

3.2.2.1.4. METHODES D'ANALYSE QUALITATIVE ET QUANTITATIVE

3.2.2.1.4.1. Identification des fibres dans les matrices solides

L'identification des fibres d'amiante dans une matrice solide par microscopie optique en lumière polarisée se fait sur la base des propriétés optiques et morphologiques des minéraux amiantifères suivantes (Perkins et Harvey, 1993, ISO 22262-1, etc.) :

- morphologie des particules ;
- couleur, pléochroïsme ;
- biréfringence ;
- caractéristiques d'extinction ;

- signes d'élongation ;
- indices de réfraction ;

Pour ces différents paramètres, des critères permettent de différencier les variétés de fibres amiantifères et de les distinguer des fibres non amiantifères.

Le Tableau 5 ci-dessous présente les propriétés optiques et morphologiques des fibres amiantifères (California Environmental Protection Agency, 1991).

Mineral	Morphology ^a , color	Refractive Indices ^b		Birefringence	Extinction	Sign of Elongation
		alpha	gamma			
Chrysotile (asbestiform serpentine)	Wavy fibers. Fiber bundles have splayed ends and "kinks." Aspect ratio typically >10:1. Colorless ^c , nonpleochroic.	1.493 - 1.560	1.517 - 1.562 ^f (normally 1.556)	0.002 - 0.014	to fiber length	+ (length slow)
Amosite (asbestiform grunerite)	Straight, rigid fibers. Aspect ratio typically >10:1. Colorless to brown, nonpleochroic or weakly so. Opaque inclusions may be present.	1.635 - 1.696	1.655 - 1.729 ^f (normally 1.696 - 1.710)	0.020 - 0.33	to fiber length	+ (length slow)
Crocidolite (asbestiform riebeckite)	Straight, rigid fibers. Thick fibers and bundles common, blue to purple-blue in color. Pleochroic. Birefringence is generally masked by blue color.	1.654 - 1.701	1.668 - 1.717 ^e (normally close to 1.700)	0.014 - 0.016	to fiber length	- (length fast)
Anthophyllite-asbestos	Straight fibers and fiber bundles showing splayed ends. Colorless to light brown. pleochroic absent.	1.596 - 1.652	1.615 - 1.676 ^f	0.019 - 0.024	to fiber length	+ (length slow)
Tremolite-actinolite-asbestos	Straight and curved fibers, and fiber bundles. Large bundles show splayed ends. Tremolite is colorless and actinolite is green. Weakly to moderately pleochroic.	1.599 - 1.668	1.622 - 1.688 ^f	0.023 - 0.020	to fiber length	+ (length slow)

Tableau 5 : Propriétés optiques et morphologie des fibres d'amiante (California Environmental Protection Agency, 1991)

L'utilisation d'un spectromètre dispersif en énergie de rayons X lors d'une analyse MEB ou MET permet de déterminer la composition chimique des fibres et donc d'identifier le type de fibre. La norme ISO 2226-1 donne les critères permettant de déterminer le minéral amiantifère observé :

- Chrysotile :
 - o les pics du magnésium et du silicium sont nets et le rapport Mg/Si est comparable avec celui d'une fibre de référence ;
 - o les pics du fer, du manganèse et de l'aluminium sont petits
- Amosite :
 - o les rapports d'intensité des pics du magnésium, du fer et du silicium correspondent à ceux d'une fibre de référence ;
 - o il n'y a pas de pics significatifs pour le sodium et l'aluminium ;
 - o si présent, le pic du manganèse est peu intense ;
- Crocidolite :
 - o les rapports d'intensité des pics du sodium, du fer et du silicium correspondent à ceux d'une fibre de référence ;
 - o les pics du magnésium sont peu intenses et aucun pic n'est visible pour le manganèse ou l'aluminium ;
- Tremolite :
 - o les rapports d'intensité des pics du magnésium, du fer, du calcium et du silicium correspondent à ceux d'une fibre de référence ;
 - o il n'y a pas de pics significatifs pour le sodium et l'aluminium ;
 - o si présent, le pic du manganèse est peu intense ;
- Actinolite :
 - o les rapports d'intensité des pics du magnésium, du fer et du silicium correspondent à ceux d'une fibre de référence ;
 - o il n'y a pas de pics significatifs pour le sodium et l'aluminium ;
 - o si présent, le pic du manganèse est peu intense ;

- Anthophyllite :
 - o les rapports d'intensité des pics du magnésium et du silicium correspondent à ceux d'une fibre de référence ;
 - o il n'y a pas de pics significatifs pour le sodium et l'aluminium ;
 - o si présent, le pic du manganèse est peu intense.

3.2.2.1.4.2. Détermination de la teneur en fibres

- Estimation visuelle de la teneur en fibres :

La méthode, qui concerne la microscopie optique en lumière polarisée, la microscopie électronique à balayage et la microscopie électronique en transmission, consiste à estimer visuellement la teneur en fibres de l'échantillon par comparaison avec un échantillon standard dont la teneur en fibres est connue et qui présente une texture et une teneur en fibres similaires (Perkins et Harvey, 1993, NIOSH, 1994). La Figure 13 montre des clichés MOLP d'échantillons standards contenant des fibres d'amosite ou de chrysotile en différentes teneurs.

La norme ISO 22262-1 indique que l'estimation visuelle de la teneur en fibres produit systématiquement une surestimation du résultat. Cette méthode d'analyse peut être utilisée pour démontrer la conformité à un seuil réglementaire mais ne doit pas être utilisée pour démontrer qu'une limite réglementaire est dépassée.

Dans le cadre de l'interdiction, aux USA, de l'utilisation de matériaux contenant plus de 1% de fibres d'amiante, Frasca et al., 1999 proposent une méthode utilisant la microscopie optique à lumière polarisée et permettant de situer un échantillon peu riche en fibres amiantifères par rapport à ce seuil.

La méthode consiste à ajouter 1 % de fibres amiantifères d'un autre type que celles présentes dans l'échantillon et à déterminer le type de fibre dont la teneur est la plus importante. Les auteurs proposent d'analyser l'échantillon par MOLP en procédant, dans un premier temps, à une analyse visuelle puis à un comptage des points si besoin dans un second temps.

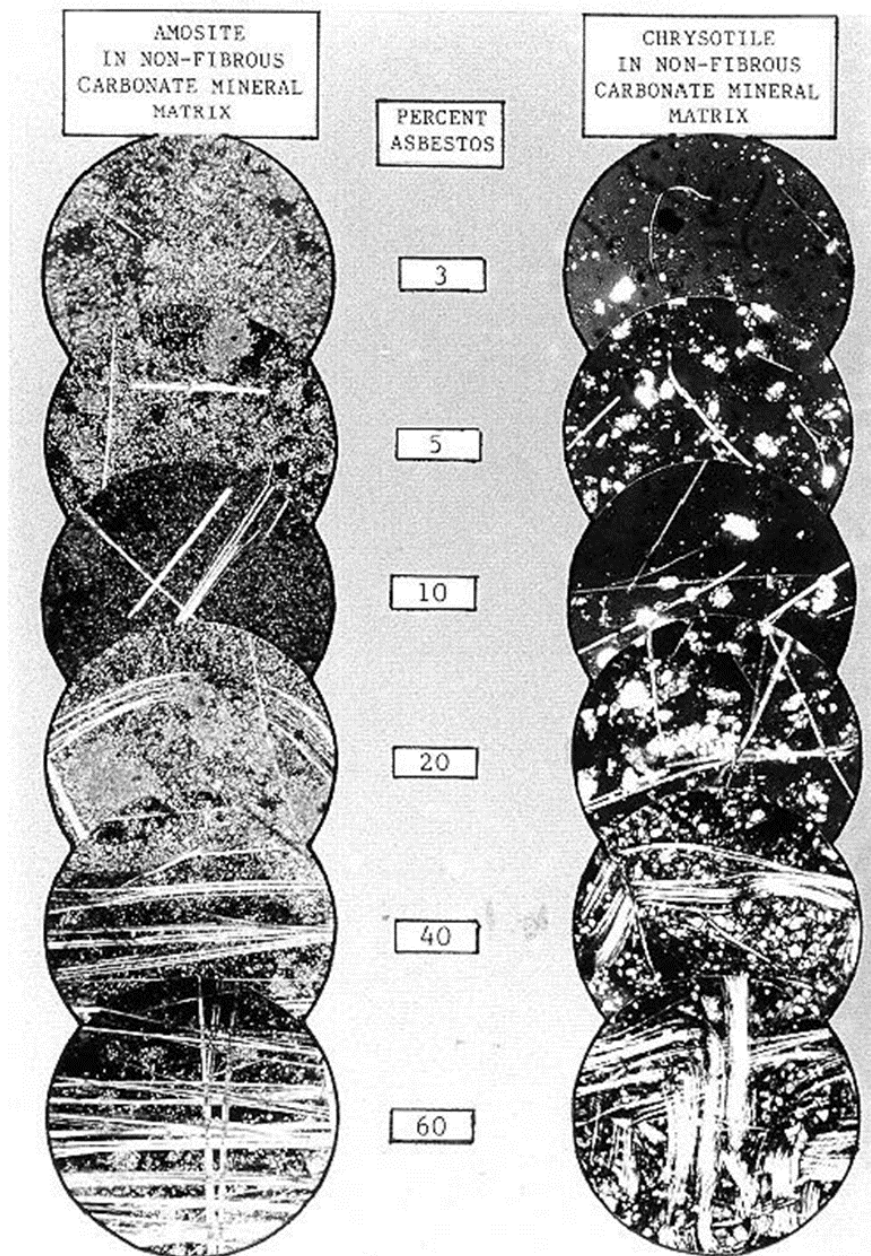


Figure 13 : images obtenues en microscopie optique en lumière polarisée d'échantillons standards contenant des fibres d'amosite ou de chrysotile

- Détermination du nombre de fibres par comptage de points :

A l'aide d'un compteur de points qui déplace la lame mince selon un pas constant à la surface de la platine du microscope, il est possible de déterminer la proportion de fibres d'amiante à la surface du filtre utilisé lors du prélèvement.

La méthode est utilisée avec les différentes techniques microscopiques et différentes règles de comptage peuvent s'appliquer selon les méthodes :

L'Institut National pour la Sécurité et la Santé professionnelles aux USA (NIOSH, pour National Institute for Occupational Safety and Health) a mis au point une méthodologie pour le comptage des fibres d'amiante dans l'air par MOCP (NIOSH 1977, révisée en 1994). La méthode consiste à échantillonner un volume connu d'air à travers un filtre en ester de cellulose mélangés et à compter les fibres contenues sur une surface déterminée du filtre. Les règles de comptage sont les suivantes :

- sont prises en compte les fibres dont la longueur est supérieure à 5 µm et le rapport longueur / largeur est supérieur à 3/1 ;
- les fibres entièrement contenues dans le réticule sont comptées une fois, les fibres dont une seule extrémité est contenue dans le réticule ne sont comptées qu'une demi fois et les autres fibres ne sont pas comptées ;
- 100 fibres doivent être comptées et le nombre de réticules à prendre en compte doit être compris entre 20 et 100.

Perkins et Harvey, 1993, décrivent la méthode appliquée à la microscopie optique en lumière polarisée. Ils indiquent que l'on doit compter les points présentant une surface occupée par une fibre amiantifère et ceux présentant une surface occupée par une particule non asbestiforme. Les surfaces non occupées ne doivent pas être comptées ainsi que celles présentant une superposition de particules. Les auteurs proposent de compter un minimum de 400 points contenant une fibre et/ou une particule non amiantifère.

La norme ISO 2226-2 décrit les méthodes permettant une analyse quantitative des fibres d'amiante dans une matrice solide par microscopie électronique à balayage. Comme pour la microscopie optique en lumière polarisée, la quantification peut être réalisée par estimation visuelle et comparaison avec des échantillons standards, par comptage de points ou par comptage de fibres. En ce qui concerne la méthode par comptage de points, la norme donne quelques critères permettant une analyse fiable :

- balayer toutes les lames ou échantillons MEB pour estimer les diamètres approximatifs de la plus grosse particule et de la plus grosse fibre ;
- compter les points en enregistrant :
 - pour les particules, uniquement les points apparaissant sur des particules dont le diamètre dépasse 10 % de celui de la plus grosse particule détectée lors du balayage de départ,
 - pour chaque espèce de fibre, uniquement les points apparaissant sur les fibres dont la largeur dépasse 20 % de celle de la plus grosse fibre détectée dans le balayage de départ ;
- lorsqu'un point tombe sur une région où une particule et une fibre de diamètre suffisant se superposent, compter un point pour chaque ;
- lorsqu'un point tombe sur une région superposée de deux fibres ou de deux particules de diamètre suffisant, enregistrer sous forme de deux points ;
- lorsqu'un point tombe sur un segment d'une fibre divisée, l'enregistrer uniquement si le diamètre du segment sous le point remplit le critère de 20 % du diamètre ;
- répartir les points non vides sur tous les échantillons disponibles ;
- poursuivre le comptage de points jusqu'à ce qu'au moins 20 points d'amiante aient été enregistrés. Compter au moins 100 points non vides.

- Détermination de la fraction massique de fibres par comptage de fibres :

La méthode consiste à compter les fibres d'amiante et à en mesurer les dimensions (longueur et diamètre). La masse d'amiante peut ensuite être calculée en additionnant les volumes de toutes les fibres détectées lors du comptage et en utilisant une densité pour la variété de fibres concernée. Cette méthode est proposée dans la norme ISO 2226-2 et peut être utilisée lors d'analyses MOLP, MEB ou MET.

3.2.2.1.5. AVANTAGE ET LIMITES DES TECHNIQUES

3.2.2.1.5.1. Microscopie optique à contraste de phase (MOCP) :

D'après Strohmeier et al., 2010, les principaux avantages de l'utilisation de la microscopie optique à contraste de phase pour l'analyse des fibres d'amiante dans l'air sont les suivants :

- technique peu coûteuse et simple à mettre en pratique ;
- analyse spécifique des fibres et exclusion des autres types de particules ;
- analyse rapide qui peut être mise en œuvre sur site.

Cependant, deux limites importantes ont été identifiées dans l'utilisation de cette technique d'analyse (Strohmeier et al., 2010, Azari et al., 2014, etc.) :

- l'analyse de l'amiante par microscopie optique à contraste de phase est uniquement basée sur des critères de morphologie. La technique ne permet donc pas la distinction entre les fibres d'amiante et les fibres non asbestiformes dont la morphologie répond aux règles de comptage. Ces dernières seront donc prises en comptes lors de l'analyse.
- la microscopie optique à contraste de phase ne permet pas de détecter les fibres les plus fines, dont la largeur est inférieure à 0,25 µm.

On notera, par ailleurs, que la technique n'est plus utilisée en France pour la caractérisation d'amiante depuis 2012 (ANSES, 2015).

3.2.2.1.5.2. Microscopie optique en lumière polarisée (MOLP) :

En comparaison avec les autres techniques microscopiques utilisées pour l'analyse des fibres d'amiante, la microscopie optique en lumière polarisée présente les avantages suivants :

- technique moins couteuse, plus simple et plus rapide à mettre en œuvre que les techniques de microscopie électronique ;
- différenciation des fibres d'amiante et des fibres non asbestiformes. Les fibres non amiantifères dont les dimensions correspondent aux règles de comptage ne sont pas prises en compte.

Néanmoins, la technique présente quelques limites :

- la méthode de quantification par estimation visuelle est très dépendante de l'opérateur et dépend également de l'hétérogénéité de l'échantillon analysé ;
- la norme ISO 22262-2 indique qu'un traitement à l'acide chlorhydrique de l'échantillon (réduction gravimétrique, voir 2.2.1.2.), peut entraîner une diminution de l'indice de réfraction du chrysotile, ce qui doit être pris en compte lors de l'analyse par MOLP ;
- Il est parfois difficile de faire la distinction entre trémolite et actinolite, ou trémolite et anthophyllite. En pareil cas, il peut être nécessaire de poursuivre les analyses et de recourir à la microscopie électronique, à l'analyse par dispersion d'énergie des rayons X et/ou à la diffraction électronique, à la diffraction des rayons X ou encore à la spectrométrie infrarouge ;
- La capacité de détection et d'identification de l'amiante par la MOLP est limitée par la résolution du microscope optique qui est de l'ordre de 1 µm, d'où l'impossibilité de détecter les fibres fines, et parfois par le masquage par d'autres matériaux constituant l'échantillon.

3.2.2.1.5.3. Microscopie électronique à balayage (MEB) :

Par rapport à la microscopie optique à contraste de forme et à la microscopie optique en lumière polarisée, la microscopie électronique à balayage présente les avantages suivants :

- meilleure résolution offrant de meilleures capacités de détection et de quantification ;
- possibilité de distinction entre les fibres amiantifères et les fragments de clivage ;

Néanmoins, la technique présente quelques limites :

- un coût d'utilisation très supérieur au coût d'utilisation du MOCP et du MOLP ;
- une technique complexe et plus difficile à mettre en œuvre pour des analyses de routine.

Strohmeier et al., 2010 présentent la microscopie électronique à balayage à effet de champ à haute résolution (FESEM pour Field Emission Scanning Electron Microscopy) permettant l'obtention d'image de meilleure résolution et avec un plus fort grossissement que les appareils MEB et MET classiques. La technique permet d'accéder à des informations que la microscopie électronique en transmission ne peut pas fournir (topographie des particules, plans de clivage, rugosité de surface, parallélisme des bords, etc.).

Les auteurs montrent notamment plusieurs exemples de particules fibreuses non amiantifères dont l'analyse par microscopie électronique à balayage à effet de champ à haute résolution permet de visualiser la forme prismatique typique d'un fragment de clivage alors que les images MET montrent une particule fibreuse dont la morphologie correspond à une fibre d'amiante. La Figure 14 montre l'image MET (a) et l'image FESEM (b) d'une particule de richterite (minéral non asbestiforme de la famille des amphiboles). L'analyse de cette particule au MET pourrait laisser conclure à une fibre amiantifère alors que l'image FESEM montre la nature prismatique de la particule typique d'un fragment de clivage.

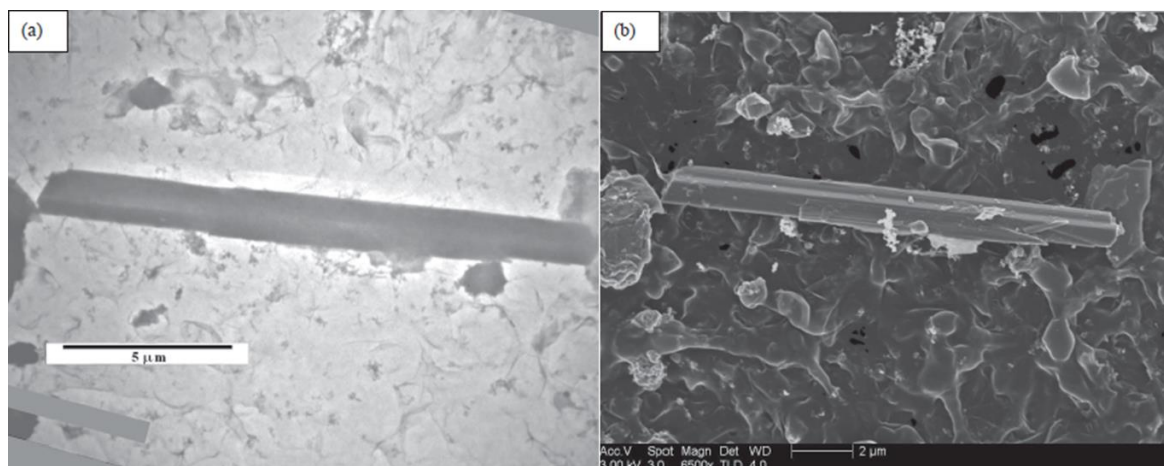


Figure 14 : comparaison de clichés MET et FESEM d'une même particule fibreuse non asbestiforme (Strohmeier et al., 2010)

3.2.2.1.5.4. Microscopie électronique en transmission (MET) :

Le principal avantage de la microscopie électronique en transmission est sa résolution (jusqu'à 0,01 µm) qui permet de caractériser des fibres trop courtes pour être identifiées par les autres techniques.

Le MET permet de déterminer la nature et les dimensions des fibres dans l'air ou les matériaux mais pas toujours de différencier leur faciès, asbestiforme ou non asbestiforme, pour un même minéral amphibole.

En effet, une micrographie MET n'est qu'une projection dans le plan issue des interactions entre l'échantillon et les électrons qui l'ont traversé. La nature tridimensionnelle d'une particule n'est que partiellement accessible, sous réserve que le porte-échantillon puisse opérer une rotation (porte-échantillon « double-tilt »), qui restera néanmoins limitée à quelques dizaines de degrés. L'information sur la morphologie réelle d'une particule peut être obtenue ensuite avec un MEB haute-résolution (MEB FEG ou FESEM). Une autre alternative peut être l'utilisation d'un STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy - Microscope Electronique à Balayage et à Transmission, MEBT) haute résolution.

Van Orden et al., 2008 présentent une méthodologie permettant, lors d'une analyse par microscopie électronique en transmission, de distinguer une fibre d'amphibole (amiantifère) d'un fragment de clivage issu d'amphibole non asbestiforme. Les auteurs proposent un ensemble de conditions à satisfaire sur les caractéristiques physiques des particules pour être considérées comme asbestiformes. Ces critères sont détaillés ci-après (voir Figure 15) :

- Largeur de la fibre : la première caractéristique permettant de faire une distinction entre les fibres d'amiante et les particules fibreuses non-asbestiformes est la largeur de la particule. En effet, plusieurs études (Langer et al., 199), Gibbs et Hwang, 1980, Gibbs et Hwang, 1975,

Chisholm, 1983, Selikoff et Lee, 1978) ont montré qu'en grande majorité, les fibres d'amiante ont une largeur inférieure à 0,3 µm. Les particules non-asbestiformes ont en principe une largeur supérieure à 1 µm (Wylie et al., 1985, Wylie et Bailey, 1992).

- Rapport longueur / largeur : le rapport longueur / largeur d'une fibre d'amphibole se situe entre 3/1 et 20/1 (Samudra et al., 1977). Les auteurs indiquent que le rapport longueur / largeur des fibres asbestiformes est 8 à 10 fois supérieur à celui des particules fibreuses non asbestiformes.
- Morphologie : les minéraux asbestiformes présentent un aspect filamenteux et contiennent des fibres aisément séparables.
- Côtés parallèles : les auteurs indiquent que les fibres d'amiante doivent avoir les côtés parfaitement parallèles et présentant une grande régularité. Les fragments de clivage peuvent avoir des côtés parallèles mais ils présentent également une certaine irrégularité.
- Courbure : l'aspect incurvé et flexible des particules est, a priori, caractéristique d'une fibre asbestiforme. L'absence de courbure n'est cependant pas nécessairement le signe d'une particule non asbestiforme. La perpendicularité des bouts de fibre et l'uniformité des contours de diffraction permettent alors de conclure quant à la nature de la particule.
- Extrémités perpendiculaires : différentes études (Langer et Nolan, 1987, Hartikainen et Tossavainen, 1987, Dorling et Zussman, 1987, Chisholm, 1995) ont montré que les extrémités des particules asbestiformes sont parfaitement perpendiculaires. L'orientation de la structure par rapport au faisceau électronique peut faire apparaître les extrémités comme non perpendiculaires, mais dans ce cas les deux terminaisons sont parallèles entre elles.
- Contours de diffraction interne : lors de l'observation au MET d'une fibre d'amiante, les contours de la particule peuvent être observés en raison de la diffraction interne par le faisceau d'électrons. Ces contours correspondent à des plans de cisaillement et sont réguliers dans le cas d'une particule asbestiforme.
- $75^\circ \leq \text{angle} \leq 90^\circ$: l'angle mesuré entre deux axes de zones de la fibre observée après rotation de la fibre doit être compris entre 75° et 90° dans le cas d'une fibre amiante.
- Maclage : la présence de macles peut être utilisée pour indiquer la nature fibreuse d'une particule asbestiforme. Les auteurs indiquent cependant que l'absence de macle ne signifie pas nécessairement que la particule n'est pas asbestiforme et que certaines amphiboles sont plus susceptibles que d'autres de présenter des macles.
- Détermination de la composition chimique par EDX ou EDS : la détermination de la composition chimique de la particule par analyse élémentaire par spectrométrie X à dispersion d'énergie (EDS ou EDX) peut permettre de confirmer son caractère asbestiforme. Les auteurs insistent sur le fait que cette analyse peut être affectée par différents paramètres tels que la qualité du détecteur, la durée de l'acquisition, l'orientation de la particule par rapport au détecteur, aux grilles ou aux autres particules, l'épaisseur de la particule.

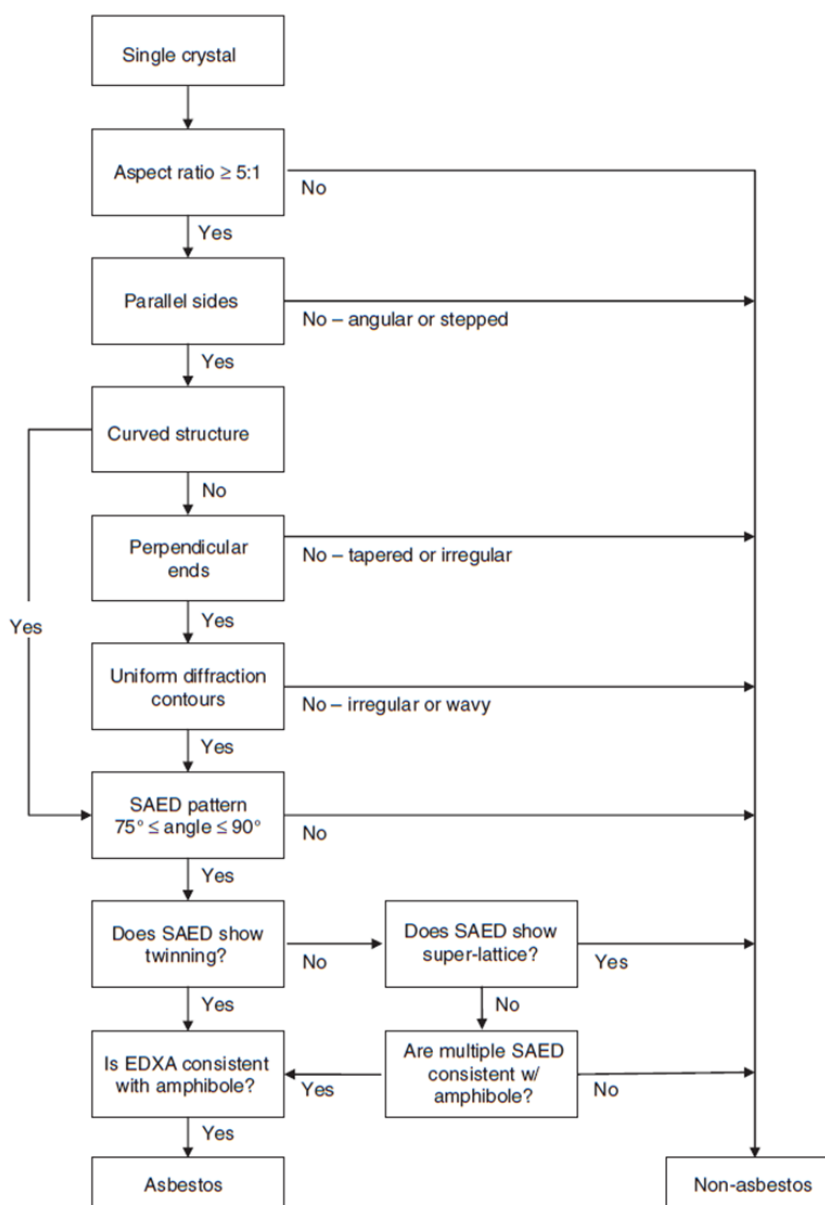


Figure 15 : Organigramme montrant les différents critères utilisables pour déterminer si une particule d’amphibole est asbestiforme ou non (Van Orden et al., 2008)

Strohmeier et al., 2010, ont appliqué cette méthode d’analyse à un ensemble de 6 échantillons de fibres amiantifères en mélange ou non avec des particules fibreuses non amiantifères. Les auteurs ont réussi l’identification des fibres d’amiante et des fibres non amiantifères avec une erreur comprise entre 5 et 10 %.

La méthodologie présentée par Van Orden et al., 2008 montre la complexité de la microscopie électronique en transmission qui peut difficilement être utilisée en routine.

3.2.2.2. Autres méthodes

Certaines techniques peuvent être utilisées en complément des techniques d’analyse microscopiques présentées précédemment.

3.2.2.2.1. DIFFRACTION DES RAYONS X

Contrairement aux analyses microscopiques, la diffraction des rayons X ne donne pas d’information sur la morphologie d’un minéral. Par conséquent, elle ne permet pas de distinguer les formes fibreuses de serpentine ou d’amphibole des formes non fibreuses. Néanmoins, utilisée en complément des techniques d’analyses microscopiques, la diffraction des rayons X peut permettre de

confirmer la caractérisation et la quantification des minéraux asbestiformes, par comparaison avec le diffractogramme d'un échantillon de référence.

Perkins et Harvey, 1993, présentent les données relatives aux principaux pics de diffraction du chrysotile et des amphiboles. Les auteurs décrivent également les principales limites de la technique dans le cadre de l'analyse de minéraux amiantifères :

- certains minéraux présentent des pics de diffraction pouvant interférer avec les pics de diffraction de certains minéraux amiantifères. Parmi ceux-ci, les principaux sont les suivants :
 - o chlorite,
 - o vermiculite,
 - o sépiolite,
 - o halloysite
 - o kaolinite,
 - o gypse,
 - o cellulose,
 - o talc,
 - o carbonates de calcium,
- l'orientation préférentielle des minéraux asbestiformes durant la préparation pose souvent un problème pour une analyse quantitative par diffraction des rayons X ;
- la diffraction des rayons X étant dépendante de la taille des particules analysées, il est important que la taille des grains de l'échantillon étudié et de l'échantillon de référence soit la même. Les auteurs indiquent qu'une taille comprise entre 1 et 10 μm est optimal pour une analyse quantitative ;
- dans le cas de l'utilisation d'une électrode au cuivre comme source de rayons X, la présence abondante de fer dans l'échantillon entraînera une perte d'intensité des pics et de sensibilité.

3.2.2.2. SPECTROSCOPIE RAMAN :

Bien que peu utilisée pour la caractérisation de l'amiante, la spectroscopie Raman peut permettre de distinguer les six types de minéraux amiantifères. Strohmeier et al., 2010, indiquent qu'une identification fiable des minéraux amiantifères peut être obtenue en analysant les bandes Raman correspondant aux modes d'élongation des différentes liaisons silicium – oxygène. La technique présente également l'avantage de ne pas nécessiter de préparation d'échantillon. Cependant, les auteurs indiquent que les spectres Raman permettent difficilement de distinguer les formes fibreuses des formes non fibreuses du même minéral.

3.2.2.3. SPECTROMETRIE INFRAROUGE :

La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) peut être utilisée pour la quantification du chrysotile dans une matrice solide (Balducci et Valerio, 1986, Gualtieri et al., 2014, etc.). L'analyse quantitative peut être réalisée par la méthode des ajouts dosés : plusieurs échantillons sont préparés en ajoutant une quantité précise de chrysotile (quantité différente pour chaque échantillon) et une droite de calibration est obtenue en déterminant l'intensité de la bande d'absorption à 3697 cm^{-1} , caractéristique du chrysotile, en fonction de la masse de chrysotile ajoutée à l'échantillon (Gualtieri et al., 2014).

La technique est, a priori, adaptée à l'analyse d'échantillons dont la teneur en chrysotile est faible (entre 0,01 et 1 %) (Foresti et al., 2003). Néanmoins, des interférences sont possibles si l'échantillon contient également de la chlorite ou de l'antigorite. Par ailleurs, une déviation de la linéarité entre l'intensité de la bande d'absorption à 3697 cm^{-1} et la masse de chrysotile ajoutée peut être observée lorsque la teneur en chrysotile est importante (De Stephano et al., 2012).

La technique ne permet pas de réaliser une analyse de la morphologie des particules et donne uniquement des informations sur leur chimie. Elle ne permet donc pas de distinguer les formes fibreuses et non fibreuses du même minéral.

3.2.2.4. COMPTEUR DE FIBRES :

Les appareils à lecture directe sont utilisés pour le comptage de particules (concentration des aérosols dans l'air par exemple). Quelques uns des appareils commercialisés sont dédiés au comptage des fibres dans l'air par l'analyse de la lumière diffusée par les particules, préalablement alignées sous l'effet d'un champ électrique ou magnétique.

Une équipe de l'INRS (INRS, 2000) a étudié la pertinence de ce type d'appareil au contexte amiante en comparant les concentrations en fibres dans l'air obtenues avec des appareils à lecture directe avec celles obtenues par une méthode classique (prélèvement de fibres sur filtre puis analyse par microscopie optique à contraste de phase). L'étude a montré que ces appareils sont simples et rapides à mettre en œuvre mais que, tels que livrés par le fabricant, les résultats fournis peuvent être très erronés. Un recalibrage et des réglages importants par le constructeur a été nécessaire afin d'obtenir des résultats comparables à ceux obtenus par la méthode classique.

On notera que les mesures ne sont pas réalisées directement sur matrice solide mais peuvent être associées à un essai d'émissivité (voir 3.3.3.)

3.2.2.5. MICROSONDE ELECTRONIQUE :

L'étude de l'ANSES (ANSES 2015) cite la microsonde électronique comme pouvant être utilisée pour la caractérisation des fibres d'amiante. Cette technique, très utilisée en géologie, repose sur la détection de rayons X émis par les atomes d'un échantillon soumis à un faisceau d'électrons. Elle permet d'obtenir des données quantitatives et qualitatives.

La technique ne donne que des indications sur la composition chimique. L'analyse morphologique est très limitée du fait du mode de préparation des échantillons avant analyse (section polie).

3.3. Essais d'émissivité

Le risque sanitaire lié à la présence de fibres d'amiante dans une matrice solide ne peut pas être déterminé par la simple connaissance de la teneur en fibres mais est directement lié à la quantité de fibres libérables dans l'air (notion d'émissivité).

Ce chapitre présente un état de l'art des études menées sur le sujet de l'émissivité des fibres d'amiante. La majorité de ces études porte sur la détermination de la quantité de fibres émises lors d'une usure mécanique du matériau. Certaines traitent également de l'aspect des fibres amiantifères émises et notamment de leur cancérogénicité.

3.3.1. Projet PIMAC (BRGM)

Dans le cadre de l'exploitation d'une carrière ou d'un chantier de construction, l'amiante présent dans un matériau rocheux est susceptible d'être libéré suite à l'usure du matériau (traitement mécanique, utilisation du matériau en remblais ou couches de forme, érosion météoritique, etc.).

Le programme expérimental PIMAC a débuté en 2015 dans le cadre d'une convention entre la Direction Générale de Prévention des Risques (DGPR, Ministère de l'environnement, de l'Energie et de la Mer) et le Bureau de Recherche Géologique et Minière (BRGM). L'objectif du programme est de définir un protocole d'essai permettant de mettre en évidence la capacité d'un matériau à émettre des fibres amiantifères dans l'air lorsqu'il est soumis à des contraintes mécaniques entraînant son usure. Cet essai doit permettre la réalisation des étapes suivantes :

- simulation des effets d'usures subies par le matériau au cours des processus d'extraction, d'utilisation, de traitement ou de mise en œuvre ;
- émission dans l'air de fibres présentes dans le matériau ;
- prélèvement des fibres émises sur un support adapté ;
- caractérisation des fibres d'amiante par des moyens normés.

L'adaptation de l'essai Micro-Deval (destiné à déterminer la résistance à l'usure des granulats, NF EN 1097-1) a permis de provoquer artificiellement l'usure de matériaux rocheux et ainsi de libérer de fines

particules susceptibles de contenir des fibres amiantifères (Figure 16). L'appareillage Micro-Deval a été choisi de manière à pouvoir être mise en place aisément dans le contexte d'une exploitation ou d'un laboratoire BTP.



Figure 16 : dispositif Micro-Deval utilisé dans le cadre du projet PIMAC (BRGM)

Les poussières émises ont été prélevées et analysées en se basant sur les recommandations des normes NF P X 43-269 et NF P X 43-050 relatives au prélèvement de fibres sur filtre à membrane et à la détermination de la concentration en fibres par des techniques de microscopie optique et électronique.

Le protocole d'essai d'usure a été mis au point grâce à la réalisation de 80 tests sur 10 échantillons différents (serpentine, amphibole à actinolite, amphibole à hornblende, etc.). La masse de la prise d'essai, la durée de l'essai et la vitesse de rotation du dispositif Micro-Deval ont été définies au cours de ces tests.

Le protocole d'usure a été validé par comparaison de la composition minéralogique des échantillons initiaux (déterminée par analyse pétrographique sur lame mince) avec celle des poussières prélevées sur filtre en fin d'essai (déterminée par analyse par microscopie électronique à balayage).

Le BRGM a pu montrer une bonne corrélation entre les compositions des granulats et celles des poussières prélevées, validant le protocole d'attrition. Il ne s'agit, pour le moment, pas d'un essai d'émissivité au sens strict car la fraction de fibres libérées par le processus d'attrition n'est pas mesurée.

3.3.2. Indice de libération des fibres (Italie)

En Italie, le décret ministériel du 14 mai 1996 définit l'indice de libération (RI, Release Index) comme étant le rapport entre la concentration en fibres émises suite à l'abrasion d'un matériau et la densité relative du matériau (densité relative = densité apparente / densité absolue). Cet indice de libération permet d'évaluer le risque lié à la manipulation d'un matériau amiantifère : un matériau est défini comme non dangereux si son indice de libération est inférieur à 0,1.

Le décret du 14 mai 1996 définit également un test d'abrasion à partir duquel la concentration en fibres émises pour le calcul de l'indice de libération est déterminée. Le protocole d'essai est le suivant : Une masse de 500 g d'échantillon (classe granulaire 5/50 mm) est placée dans un cylindre de diamètre 300 mm et de longueur 400 mm en rotation à 50 tours par minute durant 4 heures. La vitesse de rotation ne doit pas être trop élevée de manière à ce que, lors de la rotation du cylindre, les grains roulent les uns sur les autres. Ainsi, leur usure mécanique est essentiellement due à l'abrasion de leur surface.

Dans ce contexte, Bellopede et al., (2009) ont mis au point un protocole d'échantillonnage et de préparation d'échantillons après le test d'abrasion de manière à simplifier l'analyse par microscopie optique à contraste de phase (Bellopede, et al., 2009). La poudre générée par l'essai est récupérée, puis séparée en trois classes granulométriques avant analyse. Chaque classe granulométrique est ensuite séparée en une fraction fibreuse et une fraction granulaire (voir 2.2.1.3.).

L'analyse des deux fractions de chaque classe granulaire par microscopie optique à contraste de phase a permis de mettre en lumière les informations suivantes :

- les fractions granuleuse et fibreuse de la classe granulaire supérieure sont séparées de manière efficace. La fraction granulaire ne contient pas de fibre, alors que la fraction fibreuse peut contenir quelques grains plus ou moins gros issus du matériau initial ;
- de la même manière, le processus de séparation semble efficace pour ce qui est de la classe granulaire intermédiaire. Néanmoins, la quantité de cailloux présents dans la fraction fibreuse est plus importante que dans le cas de la classe granulaire supérieure ;
- pour les classes granulaires supérieure et intermédiaire, la détermination de la teneur en fibres a été calculée par pesée de la fraction fibreuse, une correction étant appliquée de manière à tenir compte de la pollution par des grains ;
- la classe granulaire inférieure ($< 0,075$ ou $0,050$ mm) n'a pas fait l'objet d'une séparation en deux fractions. La teneur en fibre dans cette classe granulaire a été déterminée par estimation du volume de chaque fibre observée par MOCP. Les auteurs insistent sur le fait qu'en raison de la limite de détection du microscope optique à contraste de phase et de la méthode d'estimation de la teneur en fibres, les résultats pourraient être améliorés via une analyse de l'échantillon par microscopie électronique à balayage.

3.3.3. Emissivité de plaques de fibrociment dans l'air (Pologne)

L'étude de Pastuszka, 2009 concerne l'émission dans l'air de fibres d'amiante à partir de plaques de ciment, notamment utilisées pour l'isolation thermique de nombreuses constructions en Europe Centrale.

Les auteurs sont partis du constat que, d'une part, un matériau contenant des fibres amiantifères devient dangereux à partir du moment où les fibres sont émises dans l'air et que, d'autre part, le principal facteur d'émission de fibres est l'impact mécanique sur le matériau amiantifère. L'objectif de l'étude est la mise au point d'un protocole d'essai permettant de simuler l'altération mécanique de matériaux de construction contenant de l'amiante et de déterminer le taux d'émission de fibres suite à l'essai d'usure.

Le protocole d'essai mis au point au cours de l'étude est le suivant :

- un échantillon de ciment amiante, dont la surface est comprise entre $0,02$ et $0,03$ m², est placé dans une armoire hermétique (dédiée à la manipulation de produits dangereux) et soumis à deux types d'usures mécaniques :
 - o chute de 10 boules en fer (19 g chacune) d'une hauteur de 23 cm sur l'échantillon, $0,4$ J à l'impact ;
 - o chute d'un poids en fer (450 g) d'une hauteur de 23 cm sur l'échantillon, 1 J à l'impact ;De si faibles énergies à l'impact ont été choisies car elles sont du même ordre de grandeur que les vibrations des plaques de ciment sous l'effet du vent, pouvant entraîner la libération de fibres dans l'air ;
- l'évolution du nombre de fibres dans l'armoire est évaluée au cours de l'essai grâce à un compteur de fibres (FM 7400). Les fibres sont alignées sous l'action d'un champ électrique oscillant et l'analyse de la lumière diffusée d'un laser hélium-néon permet de discriminer les fibres des autres particules. Ce type de mesure est considéré par les auteurs comme simple et rapide à mettre en place mais peut se révéler moins efficace dans le cas de fibres courbées ou de formes complexes.

Le taux d'émission de fibres C_s est calculé de la façon suivante : $C_s = \frac{\Delta C \cdot V}{S \cdot E}$

avec : ΔC , l'augmentation maximale du nombre de fibres dans l'armoire après impact,
V, le volume de l'armoire,
S, la surface de l'échantillon,
E, l'énergie à l'impact.

Six échantillons, âgés de 15 à 35 ans et dont l'état de surface est différent (mauvais, bon ou très bon) ont été prélevés sur des bâtiments et étudiés.

Les résultats montrent, sans surprise, que le taux d'émission de fibres est significativement dépendant de la qualité de surface du matériau étudié. Il est, par exemple, plus de deux fois supérieur pour l'échantillon dont la surface est en mauvais état par rapport à l'échantillon dont la surface est en très bon état.

3.3.4. Comparaison de l'émissivité de particules à partir de fibrociment et de ciment non amiante (Lituanie, Allemagne)

L'étude de Tadas et al., 2011, concerne l'émission de particules (dont les fibres d'amiante) à partir d'échantillons issus de toitures en ciment soumis à diverses usures mécaniques. L'objectif de l'étude est double :

- caractériser les particules et fibres émises lors des essais d'usure et notamment leur distribution de tailles ;
- comparer l'émission de particules de produits en ciment amiantifères et de produits en ciments ne contenant pas d'amiante mais des fibres de cellulose.

Lors de l'étude, le protocole expérimental suivant a été mis au point :

- 3 échantillons de plaque de ciment ont été étudiés :
 - o plaque de ciment contenant de l'amiante présentant un bon état de surface ;
 - o plaque de ciment sans amiante contenant des fibres de cellulose ;
 - o plaque de ciment sans amiante contenant des fibres de cellulose plus grosses que l'échantillon précédent ;
- chaque plaque de ciment est découpée en différentes pièces de dimensions équivalentes. Chaque pièce est ensuite placée dans une boîte à gants hermétique et soumise à différents essais d'usure mécanique, représentant l'environnement auquel une plaque de ciment peut être soumise lors d'un procédé de déconstruction :
 - o concassage avec un marteau ;
 - o frottement de deux pièces (de même nature) l'une contre l'autre ;
 - o râpage avec une lime ;
 - o raclage avec une brosse métallique ;
- au cours de chaque essai, les particules et fibres émises sont prélevées par filtration sous vide. En parallèle, des appareils de mesure directe sont utilisés :
 - o spectromètre de mesure du diamètre aérodynamique des particules ;
 - o compteur optique de particules ;
- la concentration en fibres d'amiante émises a été déterminée par microscopie optique à contraste de phase. La concentration en fibres émises est exprimée par les auteurs selon la relation suivante :
$$C = (A.N) / (a.n.r.t)$$

avec C, la concentration (fibre / ml),
A, la surface du filtre (mm²),
N, le nombre de fibres comptées,
a, la surface d'un réticule (mm²),
n, le nombre de réticules examinés,
r, le débit d'air à travers le filtre (ml / min),
t, la durée de prélèvement (min).

Les essais réalisés dans le cadre de cette étude ont permis de mettre en lumière les points suivants :

- pour les 4 types d'essais d'usure, la quantité de particules émises par les échantillons de ciment sans amiante est plus importante que celle de particules émises par le ciment amiantifère ;

- l'émission de fibres d'amiante est la plus élevée lors de l'opération de concassage avec un marteau et la moins élevée lors du frottement de deux échantillons l'un contre l'autre. le taux d'émission de fibres d'amiante est systématiquement plus élevé que le taux d'émission de fibres de cellulose.

3.3.5. Altération des fibres contenue dans un fibrociment (Royaume-Uni)

Plusieurs auteurs, après réalisation d'études controversées, ont émis l'hypothèse que les fibres de chrysotile contenues dans le fibrociment connaîtraient des modifications de leur composition chimique et de leur morphologie, les transformant en un minéral fibreux non asbestiforme et donc non dangereux (Bridle et Stone, 2006, Pooley, 2004, etc.). De même que les particules éventuellement émises lors de l'usure d'un ciment amiantifère ne seraient pas cancérigènes car les fibres de chrysotile seraient encapsulées dans la matrice cimentaire. Les fibres contenues dans un fibrociment et libérées par en cas d'usure mécanique ne représenteraient donc pas un problème sanitaire.

L'étude de Burdett, 2006 se propose de caractériser les fibres de chrysotile émises à partir d'un échantillon de ciment afin d'apporter une réponse à ces études.

Un échantillon de ciment contenant des fibres d'amiante a été cassé avec un marteau et des particules et fibres ont été prélevées pour analyses. Un échantillon d'air a également été prélevé à proximité de l'échantillon. Les particules dans l'air ont été prélevées sur filtre pour analyse. Des fibres de chrysotile issues d'un échantillon de référence ont également été analysées.

Les différents échantillons obtenus ont été analysés par microscopie électronique en transmission (MET) et par microscopie optique à lumière réfléchie (MOLP).

Les analyses MET des échantillons ont été réalisées selon la procédure recommandée par les normes ISO10312 :95 et ISO13794 :99.

Les analyses réalisées sur les différents échantillons ont permis de mettre en évidence les points suivants :

- les fibres prélevées dans le matériau et les fibres prélevées dans l'air sont, sans ambiguïté, des fibres de chrysotile ne présentant pas de signe d'une éventuelle altération ;
- La composition chimique des fibres correspond à la composition du chrysotile ;
- la morphologie des fibres émises correspond à celle des fibres asbestiformes.

3.3.6. Contexte des sols pollués (Royaume-Uni)

L'étude concerne l'émission de fibres d'amiante depuis des sols pollués et son impact sur le réaménagement d'un site. Partant du principe que peu d'informations étaient disponibles sur le sujet, les auteurs se sont proposé d'étudier l'impact du type de sol, du type de fibre d'amiante et de la teneur en fibres dans le sol sur l'émissivité des fibres. Les conséquences de l'ajout d'eau au sol sur la libération des fibres ont également été étudiées.

Le protocole expérimental adopté est le suivant :

- préparation de mélanges sol / fibres d'amiante avec des teneurs en fibres de 1 %, 0,1 %, 0,01 % et 0,001 %.

Les trois types de sol étudiés étaient les suivants :

- o sol sableux : sable fin + limon (< 5 % d'argiles) ;
- o sol argileux : 60 % d'argiles + 40 % de limons ;
- o sol intermédiaire : environ 70 % de sable et de limons + environ 25 % d'argiles.

Trois espèces de fibres d'amiante ont été utilisées :

- o amosite ;
- o crocidolite ;
- o chrysotile ;

- pour chaque configuration type de sol / espèce de fibre / teneur en fibres, des essais ont été réalisés permettant la génération d'un nuage de poussière à partir de l'échantillon dans une chambre hermétique et le passage d'un flux d'air à travers la chambre ;
- les particules contenues dans le nuage de poussière ainsi créé ont ensuite été prélevées par filtration sur filtre à membrane en nitrate de cellulose (pour analyses par MOCP) ou sur filtre en polycarbonate (pour analyses par MEB) puis la concentration en fibres dans l'air a été déterminée par des techniques d'analyse microscopiques (MOCP et MEB) ;
- une série d'essais a également été menée en faisant varier la teneur en eau du mélange sol / fibres entre 0 et 50 %.

Les expériences menées dans le cadre de cette étude ont permis de mettre en lumière les points suivants :

- même dans le cas des échantillons dont la teneur en fibres est faible (0,001 %), la concentration en fibres émises lors de l'essai peut être élevée (> 0,1 fibre / ml d'air) ;
- la teneur en fibres dans l'échantillon avant essai semble avoir plus d'impact sur la concentration en fibres dans l'air que le type de sol ou le type de fibre d'amiante.

Néanmoins, la nature du sol et l'espèce d'amiante ne seraient pas négligeables :

- o plus le sol est riche en argiles, moins la teneur en fibres dans l'air est importante ;
- o la concentration en fibres dans l'air est plus importante lorsqu'il s'agit de crocidolite que lorsqu'il s'agit de chrysotile. Aucune tendance n'est observée pour l'amosite ;
- L'ajout d'eau contribue grandement à réduire la concentration en fibres dans l'air générées. La quantité d'eau requise pour abaisser la concentration en fibres dans l'air à un taux donné dépend d'abord de la teneur en fibres dans le sol, ensuite du type de sol.

3.3.7. Conclusion

La dangerosité des fibres d'amiante présentes dans une matrice solide est liée à leur libération dans l'air au cours de la vie du matériau. L'émissivité des fibres d'amiante contenues dans une matrice solide a fait l'objet de plusieurs études dans des contextes différents dans le but d'estimer la dangerosité du matériau amiantifère.

L'état de l'art réalisé au cours de ce chapitre a permis de mettre en évidence la complexité liée à l'étude de l'émissivité des fibres d'amiante.

Tout d'abord, les différentes études présentées dans ce chapitre n'ont pas les mêmes objectifs. La majorité cherche à quantifier la fraction de fibres libérables lorsque le matériau est soumis à un essai d'usure mécanique :

- projet PIMAC (BRGM),
- Pastuszka, 2009,
- Addison et al., 1988,
- Tadas et al., 2011,

D'autres s'attachent à étudier l'aspect des fibres d'amiante émises et les éventuelles modifications engendrées par le processus de libération (Burdett, 2006).

Enfin, certaines études traitent plus spécifiquement de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons pour l'étude de l'émissivité des fibres (Belopede et al., 2009).

Les essais et pratiques relatifs à l'émissivité des fibres émergent et apparaissent comme une piste permettant d'apporter des solutions aux difficultés liées à la caractérisation (quantification, seuils de détection, etc.).

Cependant, la revue bibliographique réalisée au cours de ce chapitre a permis de confirmer la quasi absence de réglementation relative à l'émissivité des fibres et à la dangerosité d'un matériau amiantifère. Ceci est vraisemblablement dû aux difficultés liées à l'étude de l'émissivité, elles-mêmes dues au fait que la libération des fibres est dépendante du type de matrice solide, de l'environnement dans lequel évolue le matériau, et du type d'effort entraînant la formation de fibres. Bien qu'il soit difficile, dans ce contexte, d'imaginer une méthodologie générale permettant d'estimer la fraction de fibres libérables et donc la dangerosité d'un matériau contenant de l'amiante, la mise au point d'essais relatifs à des contextes spécifiques semble être une piste pertinente pour apporter des réponses aux problématiques actuelles. On peut citer en exemple l'étude de Bellopede et al., 2009 qui mentionne le décret italien du 14 mai 1996 et définit une valeur limite de l'indice de libération au-delà de laquelle le matériau est considéré comme dangereux. Tadas et al., 2011 et Pastuszka, 2009 définissent également des indicateurs d'émission des fibres mais aucune réglementation ou aucun seuil n'est mentionné, permettant de définir la dangerosité d'un matériau.

Malgré ces difficultés, il semble évident que la réglementation relative aux matériaux amiantifères et à leur dangerosité devrait évoluer en prenant en compte cet aspect émissivité des fibres.

4. Conclusion : complexité de la caractérisation de l'amiante dans les matrices solides

Dans les matrices solides, l'amiante peut être d'origine naturelle (roche, granulats, sols...) ou d'origine industrielle (déchets, produits manufacturés, sols contaminés, enrobés...). La caractérisation de l'amiante dans les matrices solides est un processus complexe qui requiert des compétences spécifiques. Selon l'origine de l'amiante, sa nature (type de minéral), sa teneur et sa répartition seront différentes, ce qui nécessitera une approche adaptée à chaque contexte et tout au long du processus de caractérisation.

La stratégie d'échantillonnage doit être définie en fonction du contexte et de l'objectif poursuivi. Actuellement, bien que ne couvrant pas tous les cas, deux documents servent de référence : le rapport d'étude « affleurements naturels d'amiante » de l'ANSES (ANSES, 2010) et le guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux établi par le Comité de Pilotage National « Travaux routiers – Risques Professionnels ». A ces documents spécifiques aux problématiques amiante, s'associent des référentiels plus généraux relatifs aux déchets, granulats et sols qui fournissent également des éléments pour concevoir une stratégie d'échantillonnage.

L'étape de prélèvement doit permettre d'assurer la représentativité des échantillons, elle est déterminante dans le processus de caractérisation et doit être adaptée à l'hétérogénéité et la granulométrie des matériaux, caractéristiques très variables selon les contextes. En dehors du guide dédié aux enrobés bitumineux, les pratiques actuelles doivent s'appuyer sur les bonnes pratiques et les référentiels existants pour les granulats et les sols.

La préparation des échantillons doit remplir plusieurs rôles :

- assurer la réduction granulométrique et massique des échantillons afin des constituer des prises d'essais pour analyse tout en conservant la représentativité de l'échantillon. On soulignera que certaines techniques d'analyse notamment la microscopie électronique à transmission s'effectuent avec des prises d'échantillons très réduites rendant le processus crucial et délicat ;
- conduire à une concentration de l'amiante par des méthodes de réduction gravimétriques en cas de faible teneur en amiante ;
- réduire les interférences éventuelles avec la matrice ;
- assurer l'intégrité des minéraux asbestiformes pour assurer leur identification.

Les documents existants relatifs à la préparation des échantillons en vue d'une identification et quantification de l'amiante sont pour la plupart consacrés aux matériaux solides d'origine commerciale et ne prennent pas toujours en compte la complexité de certaines matrices solides notamment naturelles. Par ailleurs, ces processus ne sont pas toujours suffisamment cadrés, les référentiels ISO présentent des modes opératoires que chaque laboratoire doit valider en fonction du matériau à traiter. Les pratiques peuvent donc diverger d'un laboratoire à l'autre et conduire à des disparités en termes de résultats attendus.

L'identification de l'amiante repose sur deux critères : sa morphologie (fibre asbestiforme) et sa minéralogie (celle d'une des six variétés de minéraux réglementés en tant qu'amiante). Hors peu de techniques permettent l'analyse de ces deux types de caractéristiques à la fois. Dans certains contextes, les techniques microscopiques que sont la microscopie optique en lumière polarisée (MOLP), la microscopie électronique à balayage (MEB), la microscopie électronique en transmission (MET) le permettent mais avec certaines limites :

- La microscopie optique en lumière polarisée présente une capacité de détection et d'identification limitée par la résolution du microscope optique (environ 1 µm). Les fibres les plus fines ne sont pas identifiables, de même que celles masquées par d'autres constituants de l'échantillon ;
- la microscopie électronique à balayage présente généralement une résolution spatiale supérieure à celle des microscopes optiques mais pas toujours suffisantes notamment pour les MEB conventionnels ;
- la microscopie électronique en transmission est plus performante en termes de résolution spatiale et permet la détection de fibres plus fines et plus courtes mais la distinction entre les

fibres d'amiante et les fragments de clivage n'est pas toujours univoque du fait d'un accès limité à la nature tridimensionnelle des particules.

Par ailleurs, les observations réalisées via ces techniques demandent un niveau de compétence élevé et plusieurs études soulignent le caractère opérateur-dépendant assez marqué des méthodes de quantification qui leur sont associées.

Les fragments de clivage, issus de variétés d'amphiboles, présentent des caractéristiques morphologiques parfois très proches de celles des fibres asbestiformes et la distinction entre les deux types de fibres est en général délicate, voire très difficile par MET sans recourir à des techniques complexes (MEB à effet de champ par exemple). Dans son rapport de 2015, l'ANSES (ANSES, 2015) conclue qu'actuellement, il n'existe pas de méthode de routine permettant de distinguer formellement les fragments de clivage des amphiboles et leurs analogues asbestiformes.

Bibliographie

Addison J. [et al.] The release of dispersed asbestos fibres from soils : Research Report TM/88/14 [Rapport] / Institute of Occupational Medicine. - Edinburgh : [s.n.], 1988.

ADEME Guide des déchets de chantier du bâtiment (épuisé). - 1998.

AFSSET Les fibres courtes et les fibres fines d'amiante : Prise en compte du critère dimensionnel pour la caractérisation des risques sanitaires liés à l'inhalation d'amiante : Réévaluation des données toxicologiques, métrologiques et épidémiologiques.... - [s.l.] : Agence française de sécurité sanitaire de l'environnement et du travail (AFSSET), 2009. - p. 394 p.

Agence Régionale de Santé, Corse Amiante naturel. Note d'information. - Juillet 2011.
Amiante, l'actinolite empoisonne les TP [En ligne]. - 04 10 2014. - avril 2017. –
<http://www.lemoniteur.fr/article/amiante-l-actinolite-empoisonne-les-tp-25959081>.

Anastasiadou K. et Gidaracos E. Toxicity evaluation for the broad area of the asbestos mine of northern Greece [Revue] // Journal of Hazardous Materials. - 2007. - pp. 9-18.

ANSES Affleurements naturels d'amiante : état des connaissances sur les expositions, les risques sanitaires et pratiques de gestion en France et à l'étranger. - 2010. - p. 215 p..

ANSES Effets sanitaires et identification des fragments de clivage d'amphiboles issus des matériaux de carrière. - 2015. - p. 218 p..

Assemblée Nationale, France Rapport sur les risques et les conséquences de l'exposition à l'amiante. Tome 1 : Rapport. - 2006.

Assemblée Nationale, France Annexe au rapport de l'Assemblée nationale sur l'amiante : Contribution du Gouvernement Canadien. - 2006.

Australian Standard Method for the qualitative identification of asbestos in bulk samples : AS 4964 // Norme. - 2004.

Azari M.R. [et al.] Improved Method for Analysis of Airborne Asbestos Fibers Using Phase Contrast Microscopy and FTIR Spectrometry [Article] // Tanaffos. - 2014. - n° 3 : Vol. 13. - pp. 38-45.

Balducci D. et Valerio F. Qualitative and quantitative evaluation of chrysotile and crocidolite fibers with IR-spectroscopy: Application to asbestos-cement products [Revue] // International Journal of Environmental Analytical Chemistry. - 1986. - pp. 315-323.

Bank W. Asbestiform and/or Fibrous Minerals in Mines, Mills, and Quarries. - [s.l.] : US Mine Safety and Health Administration (MSHA), US Department of Labor, 1980. - p. 25 p..

Baron P.A. Measurement of Airborne Fibers: A Review [Article] // Industrial Health 2001. - 2001. - Vol. 39. - pp. 39-50.

Bellopede R. [et al.] Rocks with Asbestos: Risk Evaluation by Means of an Abrasion Test [Article]. - 2009. - n° 4 : Vol. 5. - pp. 501-507.

Billon-Galland M-A. [et al.] L'amiante dans l'environnement en France : de l'exposition au risque [Article] // Géosciences. - mars 2007. - n° 5. - pp. 31-39.

Billon-Galland M-A. Evaluation de la pollution atmosphérique par les fibres d'amiante d'un bâtiment [Article] // Pollution atmosphérique. - juillet-septembre 1996. - pp. 45-48.

Bloise A. [et al.] Naturally occurring asbestos (NOA) in rock and soil and relation with human activities: the monitoring example of selected sites in Calabria (southern Italy) [Article] // Italian Journal of Geosciences. - 2016. - pp. 268-279.

- Boulanger G. [et al.]** Quantification of short and long asbestos fibers to assess asbestos exposure: a review of fiber size toxicity [Article] // Environmental Health. - 2014. - n° 59. - p. 18 p..
- Boulmier J-L. [et al.]** Amiante environnemental en Nouvelle-Calédonie. Recommandations concernant les mesures de réduction du risque et l'évaluation du risque sanitaire. - [s.l.] : Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM)/ Institut National de la Santé et de la Recherche Médicale (INSERM), 2007. - p. 56 p.
- BRGM** Cartographie de l'aléa de présence d'amiante dans l'environnement naturel pour trois départements (Haute-Corse, Loire-Atlantique, Savoie). - 2010.
- BRGM** Guide méthodologique pour l'analyse des sols pollués – Documents du BRGM 298 – 2001
- BRGM** Guide de caractérisation des terres excavées dans le cadre de leur utilisation hors site en technique routière et dans les projets d'aménagement, RP-62586-FR – 2013
- BRGM Guide de valorisation hors site des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués dans des projets d'aménagement, 2001
- Bridle D. et Stone S.** Casitile, the new asbestos: Time to clear the air and save £20 billion [En ligne] // Asbestos watchdog. - 2006.
- Burdett G.** Investigation of the chrysotile fibres in an asbestos cement sample. - London : UK Health and Safety Laboratory ; Health and Safety Executive, 2006. - p. 36 p..
- California Environmental Protection Agency** Determination of Asbestos Content of Serpentine Aggregate : Method 435. - 1991. - p. 19 p..
- California. Department of Toxic Substances Control** Report on surface soil sampling for naturally occurring asbestos Garden Valley, California. - 2002. - p. 25 p..
- Camus [et al.]** Non occupational exposure to chrysotile asbestos and the risk of lung cancer [Article] // New England Journal of Medicine. - 1998. - Vol. 338. - pp. 1565-1571.
- CARSAT Rhône-Alpes** Amiante et travaux souterrains - Modalités de reconnaissance et de métrologie [Revue]. - 2016.
- Cattaneo A. [et al.]** Airborne Concentrations of Chrysotile Asbestos in Serpentine Quarries and Stone Processing Facilities in Valmalenco, Italy [Article] // Annals of Occupational Hygiene. - 2012. - n° 2 : Vol. 56. - pp. 671-683.
- Chisholm J.E** Transmission electron microscopy of asbestos [Revue] // Asbestos, John Wiley & Sons Ltd. - 1983. - pp. 85-167.
- Chisholm J.E.** Discrimination Between Amphibole Asbestos Fibres and Non-asbestos Mineral Fragments // Health and Safety Laboratory. - Sheffield : [s.n.], 1995.
- Clinkenbeard J.P. [et al.]** Guidelines for geologic investigations of naturally occurring asbestos in California [Revue] // California Geological Survey. - 2002.
- Comité de Pilotage national "Travaux Routiers - Risques Professionnels"** Investigations préalables aux travaux de raboutage, démolition, recyclage et réutilisation d'enrobés bitumineux pour déterminer l'absence ou la présence d'amiante ou de HAP en forte teneur : Guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux. - 2013. - p. 11 p.
- Counil E. [et al.]** Etude de santé publique autour d'une ancienne usine de broyage d'amiante : le Comptoir des minéraux et matières premières à Aulnay-sous-Bois (Seine-Saint-Denis). Pollution environnementale entre 1938 et 1975 : impacts sanitaires et recommandations. - 2007. - p. 324 p..
- Daniau C. [et al.]** Exposition environnementale à l'amiante chez les personnes riveraines d'affleurements de roches amiantifères en France continentale : Rapport final. - [s.l.] : Institut national de veille sanitaire (INVS) / Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM), 2008. - p. 73 p..

Davies L.S.T. [et al.] Development and validation of an analytical method to determine the amount of asbestos in soils and loose aggregates [Rapport] / Institute of Occupational Medicine. - Edinburgh : [s.n.], 1996. - p. 69 p..

DDASS de Haute-Corse Amiante environnemental. Note d'information sur le risque amiantifère [En ligne] / prod. Haute-Corse DDASS de. - 2009. - 19 04 2017. - http://www.corse.developpement-durable.gouv.fr/IMG/pdf/Plaque_d_information.pdf.

De Stefano L. [et al.] Comparison between two FTIR spectroscopy analytical procedures for micrograms determination of asbestos species in bulk materials [Revue] // American Journal of Analytical Chemistry. - 2012. - pp. 1-5.

Dessandier [et al.] Evaluation de l'exposition aux fibres d'amiante des populations riveraines d'anciens sites industriels d'exploitation ou de transformation de l'amiante. Rapport BRGM/RP-51089-FR. [Rapport] / Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM). - 2001. - p. 115.

Dessandier D. et Spencer C. Recensement et classement des sites amiantifères et des formations géologiques potentiellement amiantifères en France : rapport final BRGM/RP -53599-FR. - [s.l.] : Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM) ; Institut national de veille sanitaire (INVS), 2008. - p. 59 p..

Dorling M. et Zussman J. Characteristics of asbestiform and non-asbestiform calcic amphiboles [Revue] // Lithos. - 1987. - pp. 469-489.

Executive Health and Safety Asbestos: The analysts' guide for sampling, analysis and clearance procedures. - London : [s.n.], 2005. - p. 120 p..
Final Regulation Order Asbestos Airborne Toxic Control Measure For Construction, Grading, Quarrying, And Surface Mining Operations : California Code Of Regulations Title 17, Section 93105. - 2002. - p. 25 p..

Foresti E. [et al.] Determination of low levels of free fibres of chrysotile in contaminated soils by X-ray diffraction and FTIR spectroscopy [Revue] // Analytical and Bioanalytical Chemistry. - 2003. - pp. 653-658.

Frasca P. [et al.] "International standart addition" - Method for identifying asbestos containing materials in bulk samples containing low levels of asbestos. - [s.l.] : American Society for Testing and Materials International, 1999. - p. 11 p..

Furuya S. [et al.] National Asbestos Profile of Japan [Report] / World Health Organization. International Labour Organization. - 2013. - p. 29 p..

Gibbs G.W. et Hwang C.Y. Dimensions of airborne asbestos fibres [Revue] // Biological Effects of Mineral Fibers - IARC Scientific Publications. - 1980. - pp. 69-78.

Gibbs G.W. et Hwang C.Y. Physical parameters of airborne asbestos fibres in various work environments - preliminary findings [Revue] // American Industrial Hygiene Journal. - 1975. - pp. 459-466.

Glorennec P. [et al.] Détermination d'une exposition environnementale à l'amiante dans le cadre d'une démarche d'évaluation des risques sanitaires à Andouillé, Mayenne [Article] // Bulletin Epidémiologique Hebdomadaire. - 2000. - 32.

Goldberg M. and Luce D. The health impact of non occupational exposure to asbestos: what do we know ? : Non-occupational exposure to asbestos [Article] // European Journal of Cancer Prevention. - 2009. - n° 6 : Vol. 16. - pp. 489-503.

Gualtieri A.F. [et al.] Determination of the concentration of asbestos minerals in highly contaminated mine tailings: an example from abandoned mine waste of Crètaz and Emarese (Valle d'Aosta, Italy) [Revue] // American Mineralogist. - 2014. - pp. 1233-1247.

Gualtieri A.F. [et al.] Determination of the concentration of asbestos minerals in highly contaminated mine tailings: An example from abandoned mine waste of Crètaz and Emarese (Valle d'Aosta, Italy) [Article] // American Mineralogist. - 2014. - Vol. 99. - pp. 1233-1247.

Hain [et al.] [Retrospective study of 150 cases of mesothelioma in Hamburg area (author's transl)] [Article] // *Int Arch Arbeitsmed.* - 1974. - 33. - pp. 15-37.

Harper M. [et al.] An Inter-Laboratory Study to Determine the Effectiveness of Procedures for Discriminating Amphibole Asbestos Fibers from Amphibole Cleavage Fragments Fiber Counting by Phase-Contrast Microscopy [Article] // *Annals of Occupational Hygiene.* - 2012. - n° 6 : Vol. Vol. 56. - pp. 645-659.

Harris K. E. [et al.] Discovering the True Morphology of Amphibole Minerals: Complementary TEM and FESEM Characterization of Particles in Mixed Mineral Dust [Section] // *Modern Research and Educational Topics in Microscopy* / auteur du livre A. Méndez-Vilas et J. Díaz. - 2007.

Hartikainen T. et Tossavainen A. Quantification of silicate fiber concentrations in rock products and dusts by electron microscopy [Revue] // *American Industrial Hygiene Association Journal.* - 1987. - pp. 264-269.

HAS Exposition environnementale à l'amiante : état des données et conduite à tenir. - 2009. - p. 111 p..

INRS Amiante : les produits les fournisseurs. - 2009. - p. 6 p..

INRS Amiante M-93 [Méthode de mesure d'ambiance]. - 2015. - p. 8 p..

INRS Amiante. Protection des travailleurs. Réglementation. - 2016. - p. 79 p..

INRS Exposition à l'amiante lors du traitement de déchets. Guide de prévention INRS ED6028. – 2013. - p. 54 p..

INRS Mesurage de la concentration en fibres dans l'air [Revue]. - 2000.

INRS Travaux en terrain amiantifère. Opérations de génie civil de bâtiment et de travaux publics : Guide de prévention. - [s.l.] : Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS), 2013. - p. 121 p..

INVS Institut national de veille sanitaire Exposition environnementale à l'amiante chez les personnes riveraines d'anciens sites industriels et d'affleurements naturels. Choix méthodologiques, analyse des données disponibles, modalités de recueil. - 2007. - p. 68.

IRSTT Numération des fibres 243-1. Comptage des fibres par microscopie optique à contraste de phase. - [s.l.] : Institut de recherche en santé et en sécurité du travail du Québec (IRSTT), 1995. - p. 22 p..

Januch J. [et al.] Evaluation of a fluidized bed asbestos segregator preparation method for the analysis of low-levels of asbestos in soil and other solid media [Article] // *Analytical Methods.* - 2013. - 5. - pp. 1658-1668.

Kumar R. [et al.] A Systematic Literature Review for Statistical Evaluation of Asbestos Exposure Level. - [s.l.] : Indian School of Public Health, 2014.

Laamanen [et al.] Observations on atmospheric air pollution caused by asbestos [Article] // *Annals of the New York Academy of Sciences.* - 1965. - n° 132. - pp. 240-245.

Lahondère D. [et al.] Reconnaissance des zones naturelles amiantifères sur huit communes de la région de Bastia (Haute-Corse). - [s.l.] : Bureau de Recherches Géologiques et Minières, 2013. - p. 202. - BRGM/RP 62198-FR.

Lahondère D. L'amiante environnemental en Nouvelle Calédonie : Expertise géologique des zones amiantifères. Evaluation des actions engagées [Rapport] = Rapport final BRGM/RP-55894-FR / Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM). - 2007. - p. 60 p..

Lahondère D. [et al.] Exposition aux fibres asbestiformes dans les industries extractives : identification des sites potentiellement concernés en France métropolitaine. Rapport final : BRGM/RP-61977-FR [Rapport] / Bureau de Recherches géologiques et minières (BRGM). - 2013. - p. 172.

Langer A.M. [et al.] Variation of properties of chrysotile subjected to milling [Revue] // Journal of Toxicological and Environmental Health. - 1978. - pp. 173-188.

Langer A.M. et Nolan R.P. Asbestos in play sand: correspondance [Revue] // New England Journal of Medicine. - 1987. - pp. 316-882.

Langer A.M. Identification and enumeration of asbestos fibers in the mining environment: Mission and modification to the Federal Asbestos Standard [Article] // Regulatory Toxicology and Pharmacology. - 2008. - Vol. 52. - pp. 207-217.

Langer A.M. [et al.] Electron microscopical investigation of asbestos fibers [Revue] // Environmental and Health Perspective. - 1974. - pp. 63-80.

Langer A.M. [et al.] Distinguishing between amphibole asbestos fibers and elongate cleavage fragments of their non-asbestos analogues [Revue] // Mechanisms in Fibre Carcinogenesis, Plenum Press, New York. - 1991. - pp. 253-267.

Lescano L. [et al.] Amphibole in vermiculite mined in Argentina. Morphology, quantitative and chemical studies on the different phases of production and their environmental impact [Article] // Environmental and Health Sciences. - 2013. - Vol. 70. - pp. 1809-1821.

Lysianuk B. [et al.] La difficile compilation d'information(s) géographique(s) relative(s) à un cancérigène : étude pilote sur les expositions professionnelles à l'amiante en Seine-Saint-Denis [Article] // Pollution atmosphérique. - Juin 2015. - n° 225.

Magnani [et al.] Pleural malignant mesothelioma and non-occupational exposure to asbestos in Casale Monferrato, Italy [Article] // Occupational & Environmental Medicine. - 1995. - Vol. 52. - pp. 362-367.

Maton D. et Maurizot P. Préconisations de travaux pour la réduction du risque d'exposition dans des zones d'affleurements de roches amiantifères en Nouvelle-Calédonie [Revue]. - 2009. - p. 141 p.. - BRGM/RP-56666-FR.

Mattentkloft M Asbestos in talc powder and soapstone - The present state. [Article] // Staub, Reinhaltung der Luft. - 2007. - n° 7-8. - pp. 287-291.

Mattentkloft M Identifizierung von Asbestfasern in Stäuben, Pulvern, und Pudern mineralische Rohstoffe. Grundlagen, Daten, Struktur eines Konzeptes zur Faseridentifizierung // = Identification des fibres d'amiante dans les poussières, les poudres, matériaux pulvérulents et ressources minérales. Fondement, données, structure d'un concept pour l'identification des fibres. - 1998. - p. 22 p..

Ministère de l'environnement du Japon Summary of countermeasures against asbestos in Japan, 2011 / ed. Japan Ministry of the environment of. - 2011. - p. 18 p. + annexes.

NIOSH ASBESTOS (bulk) by PLM [polarised light microscopy] : METHOD: 9002, Issue 2. - 1994.

NIOSH ASBESTOS and OTHER FIBERS by PCM. Method 7400 révisée en 1997. - 1988. - Révisée en 1997. - p. 15 p..

Nouvel V. et Parisi J-P. Gestion de la fin de vie des matériaux à base d'amiante et autres matériaux fibreux - Revue internationale des différents procédés de traitement [Revue] // RECORD. - 2016. - p. 174 p.. - n°14-0333/1A.

Occella E. et Maddalon G. X-ray diffraction characteristics of some types of asbestos in relation to different techniques of comminution [Revue] // Medico Lavoro. - 1963. - 10 : Vol. 54. - pp. 628-636.

OMS Détermination de la concentration des fibres en suspension dans l'air. Méthode recommandée : la microscopie optique en contraste de phase (comptage sur membrane filtrante). - 1998. - p. 56 p..

OSHA Abestos in air. Method ID-160. - 1998, révisé en 1997. - p. 20 p..

OSHA Polarized Light Microscopy of Asbestos (Norme) [En ligne] / éd. (OSHA) Occupational Safety and Health Administration. - 2017. - 3 mars 2017. - https://www.osha.gov/pls/oshaweb/owadisp.show_document?p_table=STANDARDS&p_id=10005.

Pastuszka J.S. Emission of airborne fibers from mechanically impacted asbestos-cement sheets and concentration of fibrous aerosol in the home environment in Upper Silesia, Poland [Article] // Journal of Hazardous Materials. - 2009. - n° 162. - pp. 1171-1177.

Perkins R. L. et Harwey B. W. Method for the determination of asbestos in bulk building materials : EPA 600/R-93/116 . - [s.l.] : United States Environmental Protection Agency (EPA), 1993. - p. 61 p. + annexes.

Peterson M.W. Analysis of the asbestos permissible exposure level threshold standard. - [s.l.] : US Naval Post-Graduate School, 1991. - p. 60 p..

Pooley F.D. Report of the examination of asbestos cement products to investigate changes in its asbestos content // Unpublished report circulated by Mr Bridle, dated 14th April, 2004. - 2004.

Prasauskas T. [et al.] Comparative characterization of particle emissions from asbestos and non-asbestos cement roof slates [Article] // Building and Environment. - 2011. - Vol. 46. - pp. 2295-2302.

Resources California Departement of Natural Guidelines for geologic investigations of naturally occurring asbestos in California. - 2002. - p. 70 p.. - Special publication 124.

Rhône-Alpes CARSAT Amiante et travaux souterrains. Modalités de reconnaissance et de métrologie. - 2016. - p. 8 p..

Ross M. [et al.] The mineral nature of asbestos [Article] // Regulatory Toxicology and Pharmacology. - 2008. - Vol. 52. - pp. 26-30.

Ross M. [et al.] A definition for Asbestos, in Definitions for asbestos and Other Health-Related Silicates [Section] // U.S. Department of the Interior, Bureau of Mines, Bulletin 675, Asbestos, in Mineral Facts and Problems, 1985. - [s.l.] : ASTM, 1984.

Samudra A.V. [et al.] Electron microscope measurement of airborne asbestos concentrations: a provisional method [Rapport]. - [s.l.] : U.S. Environmental Protection Agency, 1977. - pp. 77-178.

Santee K. et Lott P.F. Asbestos analysis: A review [Article] // Applied Spectroscopy Review. - 2003. - Vol. 28. - pp. 355–394.

Schneider T [et al.] Development of a method for the determination of low contents of asbestos fibres in bulk material [Article] // Analyst. - June 1998. - Vol. 123.

Selikoff I. et Lee D.H.K. Asbestos and Disease [Revue] // Academic Press, New York, NY. - 1978. - pp. 42-44.

Spurny K. R On the Release of Asbestos Fibers from Weathered and Corroded Asbestos Cement Products [Article] // Environmental Research. - 1989. - Vol. 48. - pp. 100-116.

Spurny K.R. [et al.] On the problem of milling and ultrasonic treatment of asbestos and glass fibers in biological and analytical applications [Revue] // American Industrial Hygiene Association. - 1980. - pp. 198-203.

Strohmeier B.R. [et al.] What is asbestos and why is it important? Challenges of defining and characterizing asbestos [Revue] // International Geology Review. - 2010. - 7 : Vol. 52. - pp. 801 - 872.

US EPA Summary report for data collected under the supplemental remedial investigation quality assurance project plan (SQAPP) for Libby, Montana [Revue]. - 2007. - p. 62 p..

Van Orden D. N. [et al.] Differentiating Amphibole Asbestos from Non-Asbestos in a Complex Mineral Environment [Article]. - 2007. - n° 1 : Vol. 17. - pp. 58-68.

Van Orden D. N. [et al.] Width Distributions of Asbestos and Non-Asbestos Amphibole Minerals [Article] // Indoor Built Environment. - 2009. - n° 6 : Vol. 18. - pp. 531-540.

Vandentorren S. Exposition environnementale à l'amiante chez les personnes riveraines d'anciens sites industriels et affleurements naturels : Étude cas-témoins à partir des données du Programme national de surveillance du mésothéliome. - Institut national de veille sanitaire (INVS) : [s.n.], 2009. - p. 32 p..

Vignaroli G. [et al.] Linking rock fabric to fibrous mineralisation: a basic tool for the asbestos hazard [Article] // Natural Hazards and Earth System Sciences. - 2011. - Vol. 11. - pp. 1267-1280..

Vignaroli G. [et al.] Asbestos fibre identification vs. evaluation of asbestos hazard in ophiolitic rock melanges, a case study from the Ligurian Alps (Italy) [Article] // Environmental Earth Sciences. - November 2014. - 9 : Vol. 72. - pp. 3679-3698.

Viti C. [et al.] Quantitative determination of chrysotile in massive serpentinites using DTA: Implications for asbestos determinations [Article] // American Mineralogist. - 2011. - Vol. 96. - pp. 1003-1011.

Wagner J.C. [et al.] Diffuse pleural mesothelioma and asbestos exposure in the North Western Cape Province [Article] // British Journal of Industrial Medicine. - 1960. - Vol. 17. - pp. 260-271.

Walton W.H The nature, hazards, and assessment of occupational exposure to airborne asbestos dust: A review [Article] // Annals of Occupational Hygiene. - 1982. - Vol. 25. - pp. 115-247.

Wright K.E. et O'Brien B.H. Fluidized bed asbestos sampler design and testing. - [s.l.] : Idaho National Laboratory, 2007. - p. 20 p. + Annexes.

Wylie A. G. Relationship between the growth habit of asbestos and the dimensions of asbestos fibers [Article] // Mining engineering. - 1988. - pp. 1036-1040.

Wylie A.G. et Bailey K.F. The mineralogy and size of airborne chrysotile and rock fragments: ramifications of using the NIOSH 7400 method [Revue] // American Industrial Hygiene Journal. - 1992. - pp. 442-447.

Wylie A.G. [et al.] Characterizing and discriminating airborne amphibole cleavage fragments and amosite fibers: implications for the NIOSH method [Revue] // American Industrial Hygiene Journal. - 1985. - pp. 197-201.

Zakrzewska A.M. [et al.] Calabrian ophiolites: dispersion of airborne asbestos fibers during mining and milling operations [Article] // Periodico di Mineralogia. - 2008. - n° 2 : Vol. 77. - pp. 27-34.

Liste des normes

NF ISO 22262-1 Août 2012

Qualité de l'air - Matériaux solides - Partie 1 : échantillonnage et dosage qualitatif de l'amiante dans les matériaux solides d'origine commerciale

NF ISO 22262-2 Octobre 2014

Qualité de l'air - Matériaux solides - Partie 2 : dosage quantitatif de l'amiante en utilisant les méthodes gravimétrique et microscopique

NF ISO 22262-3 Janvier 2017

Qualité de l'air - Matériaux solides - Partie 3 : dosage quantitatif de l'amiante par la méthode de diffraction des rayons X

NF EN ISO 16000-7 Septembre 2007

Air intérieur - Partie 7 : stratégie d'échantillonnage pour la détermination des concentrations en fibres d'amiante en suspension dans l'air -

NF ISO 16000-27 Juillet 2014

Air intérieur - Partie 27 : détermination de la poussière fibreuse déposée sur les surfaces par MEB (microscopie électronique à balayage) (méthode directe) –

NF EN ISO 16000-32 Septembre 2014

Air intérieur – Partie 32 : investigation sur la présence de polluants dans les bâtiments

ISO 13794:1999 Juillet 1999

Air ambiant - Dosage des fibres d'amiante - Méthode par microscopie électronique à transmission par transfert indirect

ISO 10312:1995 Mai 1995

Air ambiant. Détermination des fibres d'amiante. Méthode de microscopie électronique à transmission directe. -

NF X43-050 Janvier 1996

Qualité de l'air - Détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission - Méthode indirecte.

NF X43-269 Avril 2012

Qualité de l'air – Air des lieux de travail – Prélèvement sur filtre à membrane pour la détermination de la concentration en nombre de fibres par les techniques de microscopie : MOCP, MEBA et META – Comptage par MOCP

ISO 10397:1993 Août 1993

Émissions de sources fixes. Détermination des émissions par des usines d'amiante. Méthode par comptage des fibres.

FD CEN/TR 15310-1 Mars 2007

Caractérisation des déchets - Prélèvement des déchets - Partie 1 : guide relatif au choix et à l'application des critères d'échantillonnage dans diverses conditions

FD CEN/TR 15310-2 Mars 2007

Caractérisation des déchets - Prélèvement des déchets - Partie 2 : guide relatif aux techniques d'échantillonnage

FD CEN/TR 15310-3 Mars 2007

Caractérisation des déchets - Prélèvement des déchets - Partie 3 : guide relatif aux procédures de sous-échantillonnage sur le terrain

FD CEN/TR 15310-5 Mars 2007

Caractérisation des déchets - Prélèvements des déchets - Partie 5 : guide relatif au processus d'élaboration d'un plan d'échantillonnage

NF EN 14899 Avril 2006

Caractérisation des déchets - Prélèvement des déchets - Procédure-cadre pour l'élaboration et la mise en œuvre d'un plan d'échantillonnage

NF X 46-020 Décembre 2008

Repérage amiante – Repérage des matériaux et produits contenant de l'amiante dans les immeubles bâtis – Mission et méthodologie

NF EN 932-1 Décembre 1996

Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats - Partie 1 : méthodes d'échantillonnage

CARACTERISATION DE L'AMIANTE DANS UNE MATRICE SOLIDE

**PARTIE :
GUIDE DE RECOMMANDATIONS DES BONNES PRATIQUES**

Ce guide de recommandations fait partie d'un travail global contenant également un état de l'art des connaissances et des pratiques d'interprétation des résultats de caractérisation.

Le contenu de ce guide de recommandations de bonnes pratiques résulte des échanges établis à travers un groupe de travail impliquant des maîtres d'ouvrage, maîtres d'œuvre travaux, laboratoires d'analyse et institutions.

Présentation des intervenants

Aziz ATIYEH (Setec Bâtiment) : Responsable Pôle Décontamination Déconstruction Démantèlement

Jean-Pierre BECKMAN (Setec Bâtiment) : Spécialiste Déconstruction Désamiantage

Sauveur CASGHA (PROTEC) : Directeur des Laboratoires Amiante

Gilbert CASTANIER (EDF) : Expert géologue, Adjoint-Délégué Géologie – Direction Industrielle

Sophie DECREUSE (CEMEX) : Expert géologue, Directrice Produits et Qualité Nationale

Nathalie GUIOMAR (ITGA) : Référente Technique et Réglementaire Amiante

Johan KASPERSKI (CETU) : Pôle Géologie, Géotechnique et Dimensionnement

Christine LEROY (USIRF) : Directrice des Affaires Techniques

Thomas MILLAN (LERM) : Ingénieur d'études Matériaux

Isabelle MOULIN (LERM) : Directrice du Département « Matériaux dans l'Environnement »

Dominique ROSSINI (LERM) : Directeur Adjoint des Laboratoires

Charles SENEQUIER (AG Développement) : Consultant technique

Contexte et enjeux

L'amiante est un terme générique pour qualifier un minéral silicaté fibreux issu de deux groupes de roches :

- une variété issue des serpentines : le chrysotile,
- 5 variétés issues des amphiboles que sont l'amosite, la trémolite, la crocidolite, l'anthophyllite, l'actinolite (les termes amosite et crocidolite sont les noms commerciaux de la grunerite et de la riébeckite).

En raison de leurs propriétés thermiques (résistance au feu, faible conductivité thermique) et mécaniques (traction, flexion, usure...), leur résistance aux agents chimiques (résistance aux bases et acides, insolubilité) et leur faible coût, les minéraux asbestiformes ont été très largement utilisés dans de nombreux domaines comme l'industrie (calorifuge, matériaux de friction, freins...), la construction (isolation, produits fibrociment, mortiers,...) et les travaux publics (enrobés routiers).

Or l'amiante s'est révélé être une fibre dangereuse à inhaler et à ingérer. Son utilisation est interdite depuis 1997 et sa manipulation (retrait, encoffrement, extraction etc.) strictement réglementée (Code de la santé publique pour la protection des populations, code du travail pour la protection des travailleurs).

Dans le cadre de chantiers de génie civil, de travaux de déconstruction, réhabilitation de bâtiments ou d'opérations d'entretien ou de rénovation des infrastructures de transport, la gestion de la problématique amiante est devenue un enjeu majeur quant aux respects des conditions sanitaires (gestion des risques pour les intervenants, sélection des filières de traitement et d'élimination adaptées), des coûts et des délais. Les phases de détection et de caractérisation d'amiante dans les matrices solides deviennent primordiales et les prises de décisions lourdes de conséquences, sur le plan sanitaire et économique, doivent pouvoir s'appuyer sur des techniques de caractérisation fiables.

L'analyse des fibres asbestiformes dans les matrices solides peut recourir à différentes techniques analytiques allant des examens microscopiques (microscopie optique, microscopie électronique à balayage, microscopie électronique à transmission...) aux analyses cristallographiques (diffraction de rayons X) qui sont toutes des méthodes complexes dont la mise en œuvre et l'interprétation des résultats nécessitent du personnel compétent et expérimenté. Des retours d'expérience mettent en évidence que les méthodes actuellement employées en routine, basées sur la microscopie optique ou microscopie électronique à transmission, donnent parfois des résultats contradictoires et ne permettent pas de distinguer les fragments de clivage de leur homologues asbestiformes de façon évidente.

La dangerosité des fibres d'amiante présentes dans une matrice solide est liée à leur libérabilité dans l'air au cours de la vie du matériau plus qu'à leur teneur au sein du matériau. Même si l'émissivité des fibres d'amiante contenues dans une matrice solide a fait l'objet de plusieurs études, il s'agit d'un sujet complexe pour lequel il semble délicat de mettre au point une méthodologie générale permettant d'estimer la fraction de fibres libérables d'un matériau amiantifère. De ce fait, il n'existe quasiment pas de réglementation relative à l'émissivité des fibres et à la dangerosité d'un matériau amiantifère. Seul le décret italien du 14 mai 1996 définit une valeur limite de l'indice de libération au-delà de laquelle le matériau est considéré comme dangereux.

En parallèle d'un document présentant un état de l'art sur la caractérisation des fibres d'amiante dans les matrices solides, l'association RECORD a souhaité élaborer un guide de recommandation des bonnes pratiques pour la caractérisation des matrices solides de types granulats, enrobés routiers ou terres contaminées susceptibles de contenir de l'amiante. L'objectif de ce document technique est de fiabiliser la mise en œuvre des différentes étapes permettant la caractérisation : échantillonnage et prélèvement sur site, préparation des échantillons, analyse des fibres d'amiante dans une matrice solide et interprétation des résultats.

Glossaire

Aléa d'émission (de fibres d'amiante)

La notion d'aléa d'émission est définie comme la capacité d'une roche amiantifère à libérer des fibres. Voir aussi émissivité.

Aléa de présence d'amiante

L'aléa de présence d'amiante caractérise la probabilité sur un territoire donné de présence de formations géologiques pouvant renfermer des minéraux amiantifères.

Amiante

Terme générique qui désigne six silicates hydratés ayant cristallisé sous une forme asbestiforme, fibreuse. Ces silicates hydratés sont répartis en 2 familles de minéraux : les Amphiboles et les Serpentes.

Ces six silicates peuvent se présenter sous deux formes : asbestiforme (amiante) et non asbestiforme (non amiante). Le minéral asbestiforme et son équivalent non asbestiforme ont la même composition chimique mais diffèrent par leur mode de croissance cristalline, « unidimensionnel » pour les minéraux asbestiformes et « tridimensionnels » pour les minéraux non asbestiformes.

Le tableau ci-dessous (ANSES 2015) donne la liste des six minéraux silicatés asbestiformes réglementés en tant qu'amiante et celle de leurs homologues non asbestiformes ainsi que leur composition chimique. Dans le groupe des amphiboles, les formes asbestiformes et non asbestiformes de certains minéraux portent le même nom.

Variétés amiantes (N° CAS)	Composition chimique	Variétés non amiantes (N° CAS)
Groupe des serpentines		
Chrysotile (12001-29-5)	$[\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4]$	Antigorite (12135-86-3) Lizardite (12161-84-1)
Groupe des amphiboles		
Amiante actinolite (77536-66-4)	$[\text{Ca}_2(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2]$	Actinolite (13768-00-8)
Amiante anthophyllite (77536-67-5)	$[(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_7\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2]$	Anthophyllite (17068-78-9)
Amiante trémolite (77536-68-6)	$[\text{Ca}_2\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2]$	Trémolite (14567-73-8)
Amosite (12172-73-5)	$[(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_7\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2]$	Grunerite (14567-61-4)
Crocidolite (12001-28-4)	$\text{Na}_2(\text{Fe}^{2+}, \text{Mg})_3\text{Fe}^{3+}_2\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	Riébeckite (17787-87-0)

Amiante environnemental

L'amiante environnemental peut être défini comme toute source d'amiante susceptible de générer une exposition environnementale.

L'Inserm (1997) et l'Institut de veille sanitaire (2008) classent les expositions « environnementales » aux fibres d'amiante par opposition aux expositions « professionnelles », « para-professionnelles » et « domestiques », en trois catégories selon la source de pollution :

- source naturelle : d'origine géologique, dans certaines régions où le sol contient des fibres d'amiante qui sont inhalées par les personnes qui les respirent à l'occasion d'activités diverses ;
- source industrielle (ponctuelle) : par exemple dans le cas des mines d'amiante et des usines de transformation de l'amiante qui projettent des fibres d'amiante dans le voisinage, ces fibres pouvant être inhalées par les personnes vivant et/ou travaillant dans l'environnement de cette source ;
- source intra-murale ou urbaine : lorsque les fibres sont émises par l'amiante mis en place dans des bâtiments et des installations diverses et peuvent être relarguées dans l'atmosphère soit du fait de la dégradation des installations, soit du fait d'interventions sur celles-ci.

La Haute Autorité de Santé (Exposition environnementale à l'amiante : état des données et conduite à tenir, 2009) parle quant à elle d'« exposition environnementale » à l'amiante dès lors que cette exposition à la pollution de l'air extérieur ou intérieur à des fibres d'amiante n'est pas professionnelle, liée à une activité au contact de matériaux contenant de l'amiante. Elle inclut donc les expositions para-professionnelles passives et les expositions domestiques.

Amiantes dites réglementaires ou réglementées

Minéraux auxquels s'applique la directive 99/77/CE qui interdit la mise sur le marché et l'emploi de fibres d'amiante et des produits auxquels elles ont été délibérément ajoutées : Chrysotile - Actinolite – Amosite - Crocidolite – Trémolite – Anthophyllite.

Cette définition réglementaire ne coïncide pas avec une définition minéralogique. D'autres minéraux asbestiformes peuvent donc ne pas être inclus dans cette définition (Guidelines for geologic investigations of naturally occurring asbestos in California, 2002).

Amiantifère (matériau)

Matériau qui contient des fibres d'amiante. Aujourd'hui, il n'existe pas de seuil en France pour déclarer un matériau amiantifère. D'autres pays ont fixé un seuil situé entre 0,1 % et 1 % en masse.

Amphiboles

Nom d'un groupe important d'inosilicates (silicates hydratés auxquels se lient des cations Fe et Mg ou Fe et Na comprenant une centaine de membres), lui-même subdivisé en 5 sous-groupes :

- Amphiboles magnésio-ferro-mangano-lithiques : Anthophyllite, Gédrite, Grunerite, etc.
- Amphiboles calciques : Actinolite, Edenite, Pargasite, Tremolite, etc.
- Amphiboles sodi-calciques : Barroisite, Katophorite, Richterite, etc
- Amphiboles sodiques : Arfvedsonite, Glaucophane, Riebeckite, etc.
- Amphiboles sodi-calci-magnésio-ferro-mangano-lithiques Ottoliniite, Whittakerite, etc.

Asbestiforme

Ce terme désigne une morphologie provenant d'une cristallisation naturelle et unidimensionnelle d'un minéral donnant des fibres. Cette morphologie confère au minéral des caractéristiques particulières dont un rapport d'allongement élevé, et dans certains cas, des propriétés mécaniques spécifiques de résistance, de flexibilité et de durabilité.

Echantillonnage

Le terme échantillonnage désigne l'ensemble des méthodes utilisées pour l'obtention d'un échantillon global représentatif des propriétés moyennes du lot avec un niveau de fiabilité connu et acceptable.

Emissivité

Relation entre la teneur en amiante d'un matériau et sa capacité à libérer des fibres d'amiante dans l'air. Cette relation entre teneur en amiante d'un matériau et son émissivité, c'est-à-dire sa capacité à libérer des fibres dans l'air, dépend de plusieurs facteurs : le matériau lui-même, sa teneur en amiante, les contraintes qui lui sont appliquées.

Voir aussi Aléa d'émission

Fibre

Les fibres prises en compte d'un point de vue réglementaire, dans les mesures d'air, sont celles définies par l'Organisation mondiale de la santé c'est-à-dire ayant une longueur supérieure à 5 µm, un diamètre inférieur à 3 µm et un rapport d'allongement supérieur à 3, en raison de leur pénétration au sein de l'appareil respiratoire.

Dans l'air, en France, l'arrêté du 19 août 2011 et celui du 14 août 2012 fixent respectivement les modalités de réalisation des mesures d'empoussièrement en fibres d'amiante dans les immeubles bâtis et les conditions de mesurage des niveaux d'empoussièrement et du contrôle du respect de la Valeur Limite d'Exposition Professionnelle (VLEP) aux fibres d'amiante. Pour l'application de ces arrêtés, sont prises en compte les fibres correspondant à la définition donnée par l'OMS. L'analyse des prélèvements est réalisée par microscopie électronique en transmission selon la norme NF X 43-050 de janvier 1996 relative à la détermination de la concentration en fibres d'amiante par MET.

En France, aucun document ne fixe les critères dimensionnels à prendre en compte pour qualifier la présence de fibres d'amiante dans les matériaux. La norme NF X 43-050 spécifie, pour les analyses réalisées en microscopie électronique en transmission, qu'une fibre correspond à un objet ayant un rapport d'allongement (longueur / diamètre) supérieur à 3.

La forme « fibre » est un élément pathogénique qui s'est révélé important avec l'amiante. En raison de cette structure, "toute nouvelle fibre proposée comme substitut à l'amiante ou pour tout autre usage doit être soupçonnée, a priori, d'être pathogène" (Rapport INSERM, 1999).

Fibre Courte d'Amiante (FCA)

Les experts du groupe de travail (AFSSET, 2008) ont proposé qu'une FCA soit définie par une longueur inférieure à 5 µm, un diamètre inférieur à 3 µm et un rapport longueur/diamètre supérieur à 3. En pratique et d'après le rapport L/D retenu, le diamètre n'excédera pas 1,67 µm.

Fibre Fine d'Amiante (FFA)

Les experts du groupe de travail (AFSSET, 2008) ont retenu pour la définition d'une FFA, toute particule d'amiante présentant une longueur supérieure à 5 µm, un diamètre inférieur à 0,2 µm et un rapport longueur/diamètre supérieur à 3.

Fragments de clivage

Les fragments de clivage sont des particules minérales qui proviennent de la fragmentation de différents minéraux, dont notamment les minéraux amphiboles non asbestiformes sous l'effet d'une action mécanique.

Les fragments de clivage, provenant des fibres d'amphiboles non asbestiformes, ont la même composition chimique que les fibres correspondantes d'amiante sans en avoir les autres caractéristiques : de dimensions (longueur, diamètre et rapport d'allongement), de propriétés chimiques et physiques, de performances mécaniques.

Habitus

En minéralogie, l'habitus est la forme cristalline réelle supposée d'un cristal ou d'un agrégat de cristaux. Un habitus ne correspond pas à une structure cristalline particulière ou à une composition chimique et de nombreux minéraux, dont les minéraux amiantes, cristallisent dans des habitus différents selon leur environnement.

Limite de détection

La limite de détection d'une technique d'analyse correspond à la plus basse concentration ou teneur pour un composé qui produit un signal détectable avec une fiabilité définie, statistiquement différent du signal produit par un « blanc ».

Matériau cohérent

Un matériau est dit cohérent lorsqu'il existe une force d'attraction unissant les grains qui le constituent les uns aux autres. Les roches et les granulats sont des exemples de matériaux cohérents donnés par l'ANSES (2017).

Matériau meuble ou pulvérulent

Au contraire d'un matériau cohérent, un matériau meuble ou pulvérulent est un produit solide constitué de particules peu ou pas liées entre elles qui peut avoir le comportement d'un liquide. Les sols meubles ou les poussières sont des exemples de matériaux meubles ou pulvérulents donnés par l'ANSES (2017).

Microscopie électronique à balayage analytique (MEBA)

La MEBA peut dans une certaine limite être utilisé pour l'analyse des prélèvements d'air et de matériaux. Cette technique repose sur l'exploitation des interactions électrons-matière. En MEBA, un faisceau focalisé d'électrons accélérés par une tension de 0,5 à 30 kV balaie point par point et ligne après ligne la surface d'un échantillon. Diverses interactions entre les électrons incidents (primaires) et la matière génèrent ensuite différents signaux utilisés pour l'imagerie (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, cathodoluminescence) et pour la microanalyse chimique élémentaire (rayons X).

L'identification des fibres porte sur l'aspect morphologique et chimique mais ne donne pas d'information sur la cristallographie des échantillons analysés, contrairement à la META.

Microscopie électronique à transmission analytique (META)

La microscopie électronique en transmission est utilisée pour l'analyse des prélèvements d'air et des matériaux. La technique est proche, dans son principe, de la microscopie optique en lumière visible. Cependant, la longueur d'onde associée au faisceau d'électrons étant beaucoup plus faible ($< 5.10^{-3}$ nm) que celle de la lumière visible, la résolution en microscopie électronique s'en trouve nettement améliorée. Cette technique repose sur l'interaction des électrons avec la matière et la détection des électrons ayant traversé l'échantillon (électrons transmis et électrons diffusés). La distinction entre les électrons transmis et les électrons diffusés permet de créer le contraste des images au META.

De même que la microscopie électronique à balayage, la microscopie électronique en transmission permet également l'acquisition de spectres EDS (analyse dispersive en énergie) et donc l'analyse chimique de l'échantillon.

La META permet une analyse morphologique, structurale et chimique des échantillons et est considérée comme la technique la plus fiable pour l'analyse de l'amiante.

Microscopie Optique à Lumière Polarisée (MOLP)

Le microscope polarisant est un instrument d'optique muni de 2 filtres spéciaux appelés polariseur et analyseur pour l'observation et l'identification des minéraux. Il utilise pour cela les propriétés optiques des cristaux qui modifient les caractéristiques de la lumière qui les traversent.

L'analyse par MOLP convient à l'analyse de tous les matériaux contenant de l'amiante et permet, dans quasiment tous les cas, de faire la distinction entre fibres d'amiante et fragments de minéraux de forme allongée ou d'autres minéraux.

Particule minérale allongée (PMA)

Ce terme s'applique à toute particule minérale ayant un rapport d'allongement supérieur à 3 ($L/D > 3$), sans tenir compte de son état asbestiforme ou non asbestiforme.

Particule minérale allongée d'intérêt (PMAI)

Les particules minérales allongées d'intérêt sont les particules minérales allongées pour lesquelles l'ANSES (2017) préconise d'appliquer la réglementation amiante. Il s'agit des particules minérales allongées issues des espèces suivantes :

- amphiboles asbestiformes réglementaires et leurs homologues non asbestiformes (actinolite-amiante / actinolite, anthophyllite-amiante / anthophyllite, trémolite-amiante / témolite, amosite / grunérite, crocidolite / riébeckite) ;
- chrysotile / antigorite ;
- winchite, richtérite et fluoro-édénite (pour lesquelles des effets sanitaires similaires à ceux de l'amiante ont été mis en évidence) ;

- érionite (classée agent cancérogène pour l'Homme par le CIRC).

Prélèvement

Un prélèvement représente la part de matériau prélevé sur un lot en une seule opération de l'appareil d'échantillonnage. Un prélèvement est généralement destiné à la réalisation d'une analyse en laboratoire (pour recherche et identification d'amiante par exemple).

Serpentine

La serpentine est une famille de minéraux du groupe des phyllosilicates de formule chimique $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$. Le chrysotile ou amiante blanc est la variété asbestiforme du groupe des serpentines. Le chrysotile est la variété d'amiante qui a été la plus exploitée, son usage industriel représente environ 95 % de l'amiante commercialisée.

Comment le guide est-il structuré ?

Le guide de recommandations de bonnes pratiques pour la caractérisation de matrices solides susceptibles de contenir de l'amiante traite des étapes suivantes :

- l'échantillonnage et les techniques de prélèvement ;
- les méthodes de préparation d'échantillons pour essais ;
- les techniques d'analyse (qualification et quantification) ;
- l'interprétation des résultats des analyses.

Le guide est constitué de deux types de fiches (huit fiches au total) : une série de fiches relative à l'échantillonnage et au prélèvement d'échantillon et une série de fiches relative à la préparation des échantillons et à l'analyse. L'ensemble des fiches, permettant de traiter tous les types de matériaux susceptibles de contenir des fibres d'amiante, est détaillé ci-après :

- Fiches « échantillonnage et prélèvements » :
 - o granulats et matériaux en stock ;
 - o matériaux naturels géologiquement en place ;
 - o enrobés bitumineux en œuvre ;
 - o produits manufacturés en œuvre ;
 - o déchets mixtes ;
- Fiches « préparation et analyse » :
 - o matériaux d'origine naturelle ;
 - o enrobés bitumineux ;
 - o déchets et produits manufacturés.

Un logigramme présentant une série de questions sur la nature du matériau et sur l'origine de l'amiante qu'il est susceptible de contenir accompagne ces fiches. La lecture du logigramme doit permettre à l'utilisateur du guide de recommandations de bonnes pratiques de déterminer le couple de fiches « échantillonnage et prélèvement » et « préparation et analyse » qui correspond à sa problématique.

Pourquoi faut-il être attentif à l'étape de prise d'échantillons ?

L'objectif d'un échantillonnage est d'être le plus représentatif possible du milieu qu'il est censé représenter. C'est la condition préalable nécessaire à l'obtention de résultats représentatifs du matériau dans son ensemble. Concernant la caractérisation de l'amiante, un échantillon représentatif doit permettre d'apprécier le ou les types de fibres d'amiante et éventuellement la proportion d'amiante dans le matériau.

La stratégie d'échantillonnage dépend de l'objectif recherché (analyse qualitative ou quantitative) et du contexte de l'étude (nature de la matrice solide). Le plan d'échantillonnage à mettre en place doit être un compromis entre les objectifs poursuivis, les moyens à disposition et les contraintes sanitaires et environnementales. Les stratégies d'échantillonnage et les techniques de prélèvement sont rarement décrites dans les publications relatives à l'amiante. Dans le cadre de ce guide, les recommandations relatives à l'étape de prise d'échantillons sont fonction de la nature du matériau et font référence à des documents (guides, normes) non systématiquement liés à l'analyse de l'amiante.

Il est important de rappeler que la libération de fibres d'amiante peut se produire pendant le prélèvement des échantillons et que des mesures doivent être prises de manière à assurer la sécurité des opérateurs de prélèvement et des utilisateurs des lieux conformément à la réglementation en vigueur (application des préconisations de la réglementation amiante : mesure de protection collective, équipement de protection individuelle, formation des opérateurs, gestion des déchets, etc.).

Par ailleurs, il est également important de prendre des précautions permettant d'éviter toute contamination croisée des échantillons. Il est recommandé de nettoyer l'ensemble des outils utilisés pour le prélèvement des échantillons avant et après chaque prélèvement ou bien d'utiliser des outils à usage unique. De la même façon, il est impératif de conditionner les échantillons en double ensachage et de les transporter de façon à conserver leur état au moment de l'échantillonnage.

Pourquoi faut-il fournir des informations détaillées au laboratoire ?

Les analyses en laboratoire doivent donner des résultats représentatifs du prélèvement reçu qui doit lui-même être représentatif du matériau en place. Les informations fournies au laboratoire doivent lui permettre de cibler sa prise d'essai et de choisir le mode de préparation des échantillons ainsi que les méthodes d'analyses à utiliser qui dépendent fortement du contexte et de l'environnement dans lequel le matériau a évolué.

Par ailleurs, les méthodes d'analyses employées actuellement, basées sur la microscopie optique ou la microscopie électronique, peuvent fournir des résultats contradictoires.

Ainsi, il est recommandé pour le préleveur de transmettre un maximum d'informations au laboratoire en charge de l'analyse. La transmission des informations relatives à l'échantillonnage et au prélèvement peut se faire via une fiche de prélèvement pouvant contenir les informations suivantes, selon le contexte :

- marque d'identification des échantillons ;
- date et lieu de l'échantillonnage ;
- nom des opérateurs en charge des prélèvements ;
- nature des matériaux ;
- destination d'emploi des matériaux (le cas échéant) ;
- photographie et description visuelle des échantillons prélevés ;
- informations relatives au prélèvement de matériaux d'origine naturelle :
 - o référence et coordonnées de l'affleurement ;
 - o description de l'affleurement ;
 - o photographie et cartographie de l'affleurement avec localisation de la zone de prélèvements ;
- informations relatives au prélèvement de granulats ou de matériaux en stock :
 - o classe granulaire et taille du lot ;
 - o point d'échantillonnage et identification du lot échantillonné ;
- information quant à la présence d'amianté ajouté intentionnellement dans le bitume en cas d'analyse d'échantillons d'enrobés bitumineux ;
- etc...

Pourquoi le choix de la méthode d'analyse utilisée est important ?

Selon la définition de l'amiante, deux conditions doivent être réunies afin qu'une particule soit considérée comme une fibre d'amiante :

- sa minéralogie / composition chimique : il existe 6 variétés d'amiante, réparties en deux familles (amphiboles et serpentines), qui présentent des compositions chimiques et minéralogies spécifiques ;
- sa morphologie asbestiforme : cristallisation naturelle et unidimensionnelle d'un minéral donnant des fibres. L'organisation Mondiale de la Santé prend en compte les fibres allongées, à bords parallèles, dont le diamètre est inférieur à 3 μm , la longueur supérieure à 5 μm et le rapport d'allongement supérieur à 3.

Plusieurs techniques d'analyse peuvent être utilisées pour la caractérisation de l'amiante dans une matrice solide. Certaines permettent d'obtenir des informations sur la morphologie et la minéralogie des fibres (Microscopie Optique en Lumière Polarisée (MOLP), Microscopie Electronique à Balayage Analytique (MEBA), Microscopie Electronique en Transmission Analytique (META)) quand d'autres sont axées sur l'une ou l'autre des caractéristiques, comme la Diffraction des Rayons X (DRX), et ne peuvent être utilisées que dans un contexte spécifique ou en complément d'autres techniques. Les techniques les plus utilisées sont la microscopie optique en lumière polarisée, la microscopie électronique à balayage et la microscopie électronique en transmission. Ce sont également les techniques citées dans la norme NF ISO 22262-2 relative au dosage quantitatif de l'amiante dans les matériaux solides.

Les possibilités intéressantes qu'offrent ces techniques sont à mettre en regard avec leur grande complexité. Leur utilisation nécessite des compétences avancées et les résultats issus de l'analyse de la morphologie des fibres (identification et quantification des fibres) reposent sur des manipulations nécessitant des compétences spécifiques pour les opérateurs. Les techniques microscopiques sont difficilement utilisables en routine car elles nécessitent des compétences et des équipements particuliers et les temps d'analyse sont importants.

En comparaison avec les autres techniques microscopiques utilisées pour l'analyse des fibres d'amiante, la microscopie optique en lumière polarisée présente les avantages suivants :

- technique moins coûteuse, plus simple et plus rapide à mettre en œuvre que les techniques de microscopie électronique ;
- différenciation des fibres d'amiante et des fibres non asbestiformes.

Néanmoins, la technique présente quelques limites :

- la capacité de détection et d'identification de l'amiante par la MOLP est limitée par la résolution du microscope optique qui est de l'ordre de 1 μm , d'où l'impossibilité de détecter les fibres fines, et parfois par le masquage par d'autres matériaux constituant l'échantillon ;
- la méthode de quantification par estimation visuelle est très dépendante de l'opérateur et dépend également de l'hétérogénéité de l'échantillon analysé ;
- la norme ISO 22262-2 indique qu'un traitement à l'acide chlorhydrique de l'échantillon (réduction gravimétrique), peut entraîner une diminution de l'indice de réfraction du chrysotile, ce qui doit être pris en compte lors de l'analyse par MOLP ;
- il est parfois difficile de faire la distinction entre certaines variétés d'amphiboles. En pareil cas, il peut être nécessaire de poursuivre les analyses et de recourir à la microscopie électronique, à l'analyse par dispersion d'énergie des rayons X et/ou à la diffraction électronique, à la diffraction des rayons X ou encore à la spectrométrie infrarouge.

Par rapport aux techniques de microscopie optique, la microscopie électronique à balayage analytique présente les avantages suivants :

- meilleure résolution offrant de meilleures capacités de détection et de quantification ;
- possibilité de distinction entre les fibres amiantifères et les fragments de clivage ;

Néanmoins, la technique présente quelques limites :

- un coût d'utilisation très supérieur au coût d'utilisation du MOLP ;
- la microscopie électronique à balayage analytique donne des informations relatives à la composition chimique et à la morphologie des fibres mais pas d'ordre cristallographique ;
- une technique complexe et plus difficile à mettre en œuvre pour des analyses de routine.

La microscopie électronique en transmission analytique permet de faire une analyse morphologique, structurale et chimique des échantillons et est considérée comme la technique la plus fiable pour l'analyse de l'amiante. En outre, sa résolution (jusqu'à 0,01 μm) permet de caractériser des fibres trop fines pour être identifiées par les autres techniques.

Néanmoins, la META permet de déterminer la nature et les dimensions des fibres dans l'air ou les matériaux mais pas toujours de différencier leur faciès, asbestiforme ou non asbestiforme, pour un même minéral amphibole. En effet, une micrographie META n'est qu'une projection dans le plan issue des interactions entre l'échantillon et les électrons qui l'ont traversé.

Au final, le choix de la méthode d'analyse est du ressort du laboratoire qui doit identifier et mettre en œuvre la méthode la mieux adaptée à l'échantillon reçu, avec un objectif de fourniture d'un résultat fiable.

Quelles sont les limites des méthodes d'analyse pour la caractérisation de l'amiante dans une matrice solide ?

Dans le cas de l'analyse de l'amiante dans une matrice solide, les sources d'incertitudes sur les mesures sont assez nombreuses dont les principales :

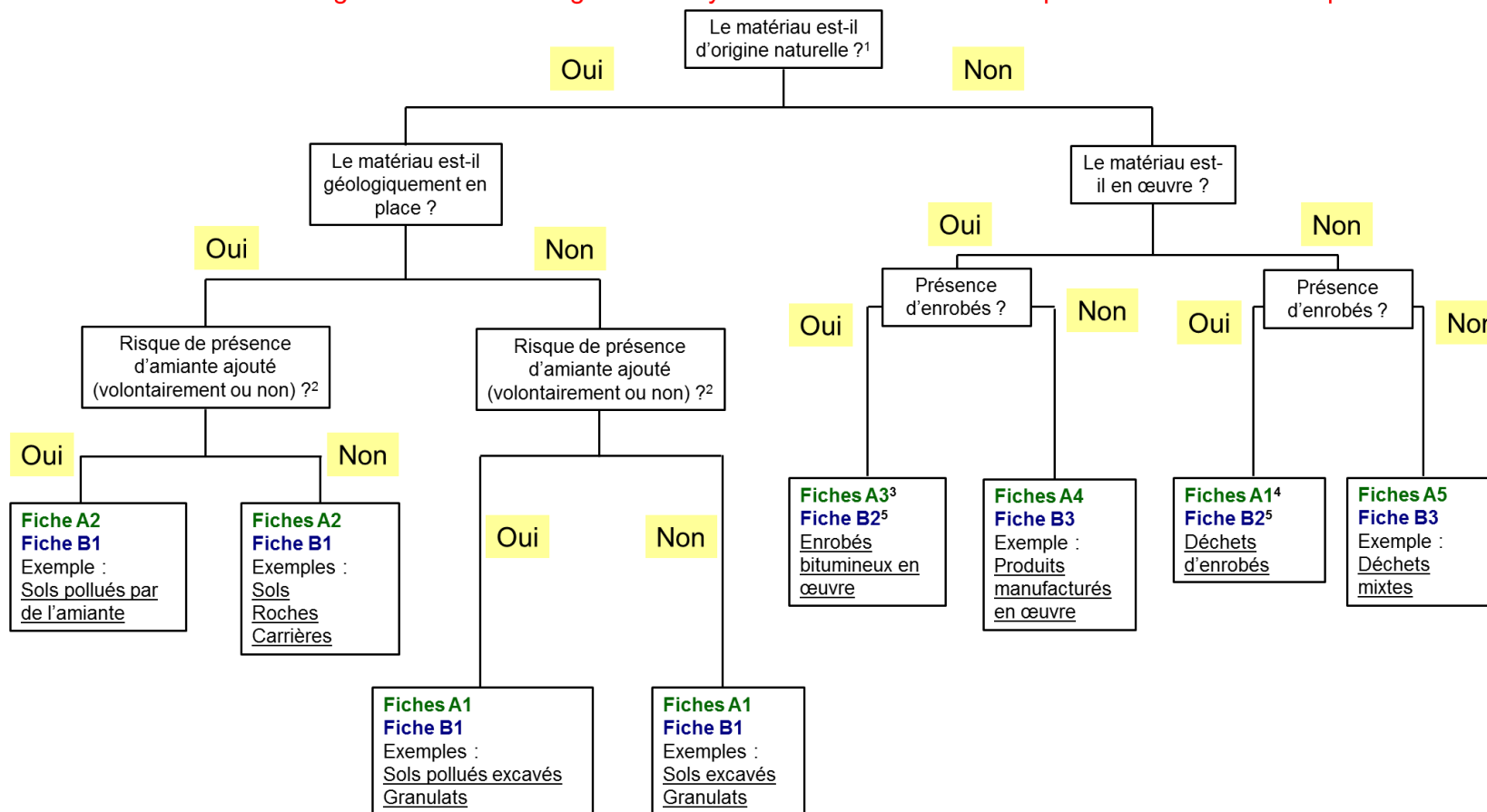
- présence de fibres d'amiante à de très faibles teneurs,
- identification et comptage compliqués du fait de la présence de la matrice solide,
- difficulté d'utiliser des étalons de référence, communs à tous les laboratoires.

Les multiples sources rendent les incertitudes difficilement quantifiables. De ce fait, les experts et les laboratoires ne sont pas en mesure de trouver un consensus et il n'existe pas de seuil ou d'exigence sur les incertitudes de mesure, contrairement au cas de l'analyse de l'amiante dans l'air (voir NF X 43-050).

Les limites des méthodes d'analyse utilisées pour la caractérisation de l'amiante dans une matrice solide résident également dans la difficulté à différencier les fragments de clivage des fibres d'amiante. En règle générale, les fragments de clivage, issus de fibres d'amphiboles non asbestiformes, n'ont pas les mêmes dimensions et caractéristiques géométriques que les fibres correspondantes d'amiante. Néanmoins les techniques d'analyse courantes utilisées pour la caractérisation de l'amiante dans les matrices solides ne permettent pas toujours de les distinguer des fibres d'amiante.

Enfin, la dangerosité d'un matériau amiantifère est liée à la possibilité que les fibres d'amiante qu'il contient soient libérées. L'émissivité des fibres étant dépendante de plusieurs facteurs tels que la nature de la matrice solide ou les sollicitations auxquelles le matériau est soumis, il n'existe pas de méthodologie générale permettant d'estimer la fraction de fibres libérables. La caractérisation de l'amiante dans les matrices solides, via les techniques d'analyse courantes, ne permet donc pas, pour le moment, d'étudier la dangerosité du matériau.

Choix des stratégies d'échantillonnage et d'analyse de matériaux en cas de présence d'amiante suspectée



¹ Un matériau d'origine naturelle peut avoir été façonné ou transformé par l'Homme mais sa composition est celle d'origine. Cela explique que les granulats sont considérés ici comme d'origine naturelle.

L'origine naturelle du matériau sous-entend que la présence d'amiante d'origine naturelle est suspectée.

² L'amiante ajouté correspond aux fibres qui ne sont pas présentes naturellement dans le matériau.

³ Les techniques d'échantillonnage et de prélèvement des enrobés bitumineux en œuvre sont décrites dans le guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux et font l'objet d'une fiche dédiée (A3).

⁴ Les techniques d'échantillonnage et de prélèvement des déchets d'enrobés bitumineux sont les mêmes que celles relatives à l'échantillonnage et au prélèvement des produits en stock.

⁵ Les enrobés bitumineux font l'objet d'une fiche « Préparation et Analyse » dédiée du fait de leur singularité (origine de l'amiante naturelle dans les granulats et anthropique dans le bitume)

Echantillonnage et prélèvements Granulats et matériaux en stock (1/2)

A1

Documents de référence (novembre 2018)

NF EN 932-1 (décembre 1996) : Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats – Partie 1 : Méthodes d'échantillonnage
NF EN 932-2 (août 1999) : Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats – Partie 2 : méthodes de réduction d'un échantillon de laboratoire

Echantillonnage

L'échantillonnage de granulats doit être réalisé selon les recommandations de la norme NF EN 932-1.
L'objectif de l'échantillonnage est d'obtenir un échantillon global représentatif des propriétés moyennes du lot, à partir d'un certain nombre de prélèvements.
L'échantillon global est constitué dans le but de contrôler le caractère non amiantifère du produit commercialisé.

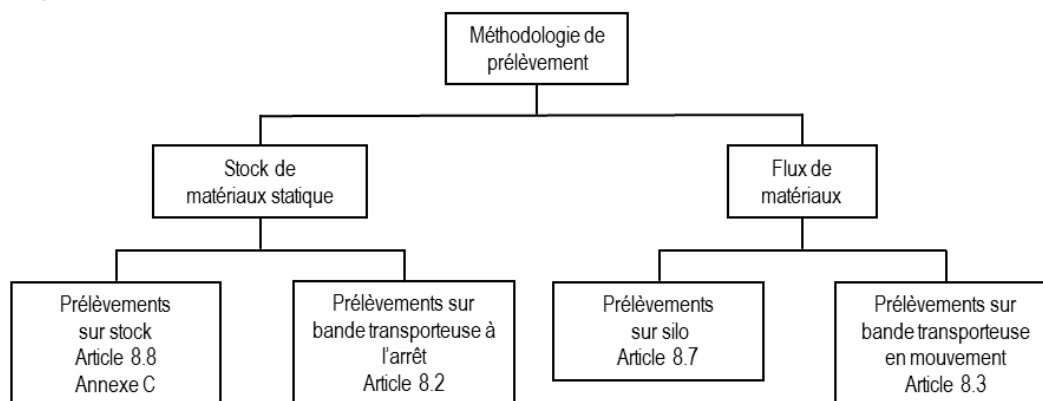
Prélèvements

La norme NF EN 932-1 indique que la masse de l'échantillon global est fonction de la nature et du nombre d'essais en laboratoire prévus, des dimensions des granulats et de leur masse volumique. Néanmoins, la masse minimale (M) d'un échantillon global doit être calculée selon la formule ci-dessous :

$$M = 6 \cdot q_b \cdot \sqrt{D}$$

avec q_b la masse volumique des granulats, en mégagrammes par mètre cube, déterminée selon les spécifications du prEN 1097-3, et D le diamètre maximum des grains en millimètres.

Le nombre de prélèvements constituant l'échantillon global est à choisir sur la base d'expériences passées d'échantillonnage de granulats similaires provenant de conditions de fabrication semblables.



La norme NF EN 932-1 indique que l'échantillonnage sur stock rend difficile le respect du principe de prélèvements au hasard dans toutes les parties du lot du fait de la ségrégation des grains. Cette méthode est à éviter, dans la mesure du possible.

Néanmoins, l'annexe C de la norme donne des recommandations pour l'échantillonnage sur stocks coniques permettant d'obtenir un échantillon global le plus représentatif possible.

Si possible, la norme préconise de privilégier l'échantillonnage de granulats sur une bande transporteuse à l'arrêt ou sur un flux de matériaux.

La procédure de prélèvement doit permettre d'éviter la contamination des échantillons : nettoyage des outils ou utilisation d'outils à usage unique.

En cas de présence d'amiante suspectée, des dispositions particulières sont à prendre afin d'assurer la protection des opérateurs. Elles sont définies par les articles R4412-94 à 148 du code du travail et par ses arrêtés d'application.

Dans le cas de matériaux en stock d'origine naturelle (granulats, terres excavées, etc.), l'intervention d'un préleveur ayant de bonnes compétences en géologie permettra d'optimiser le diagnostic. Notamment, la stratégie d'échantillonnage pourra être adaptée s'il est connu que le stock de matériaux à étudier n'est pas homogène d'un point de vue géologique

Echantillonnage et prélèvements

Granulats et matériaux en stock (2/2)

A1

Production d'un échantillon pour laboratoire

La masse de l'échantillon global telle que calculée selon les recommandations de la norme NF EN 932-1 sera a priori trop importante pour que l'échantillon global soit transmis au laboratoire.

La norme NF EN 932-2 donne des recommandations pour la production d'un échantillon de laboratoire par réduction de l'échantillon global. Trois méthodes de réduction sont décrites : réduction à l'aide d'un diviseur à couloir, par quartage et par pelletages alternés. La méthode de réduction à l'aide d'un diviseur à couloir doit être privilégiée pour la préparation d'un échantillon pour laboratoire à partir d'un échantillon global.

Pour des raisons de sécurité, la réduction de l'échantillon global devra être réalisée sur site, avant transmission au laboratoire.

Dans certains cas spécifiques, où cette stratégie d'échantillonnage ne pourra pas être suivie du fait d'un échantillon global trop volumineux, le demandeur pourra élaborer une stratégie d'échantillonnage spécifique.

Les échantillons doivent ensuite être marqués de façon claire et indélébile, le marquage devant indiquer :

- un code unique, ou
- une identification des échantillons de laboratoire, le lieu et la date de l'échantillonnage et la désignation du matériau.

Les échantillons de laboratoire doivent être conditionnés en double ensachage et transportés de façon à préserver leur état au moment de l'échantillonnage.

Informations à destination du laboratoire

Le préleveur devra émettre un rapport d'échantillonnage, à destination du laboratoire d'analyse, contenant les informations suivantes :

- identification du rapport d'échantillonnage ;
- marque d'identification des échantillons pour le laboratoire ;
- date et lieu de l'échantillonnage ;
- nom des opérateurs ;
- classe granulaire et taille du lot ;
- point d'échantillonnage et identification du lot échantillonné ;
- description visuelle des échantillons prélevés.

Echantillonnage et prélèvements

Matériaux naturels géologiquement en place (1/2)

A2

Documents de référence (novembre 2018)

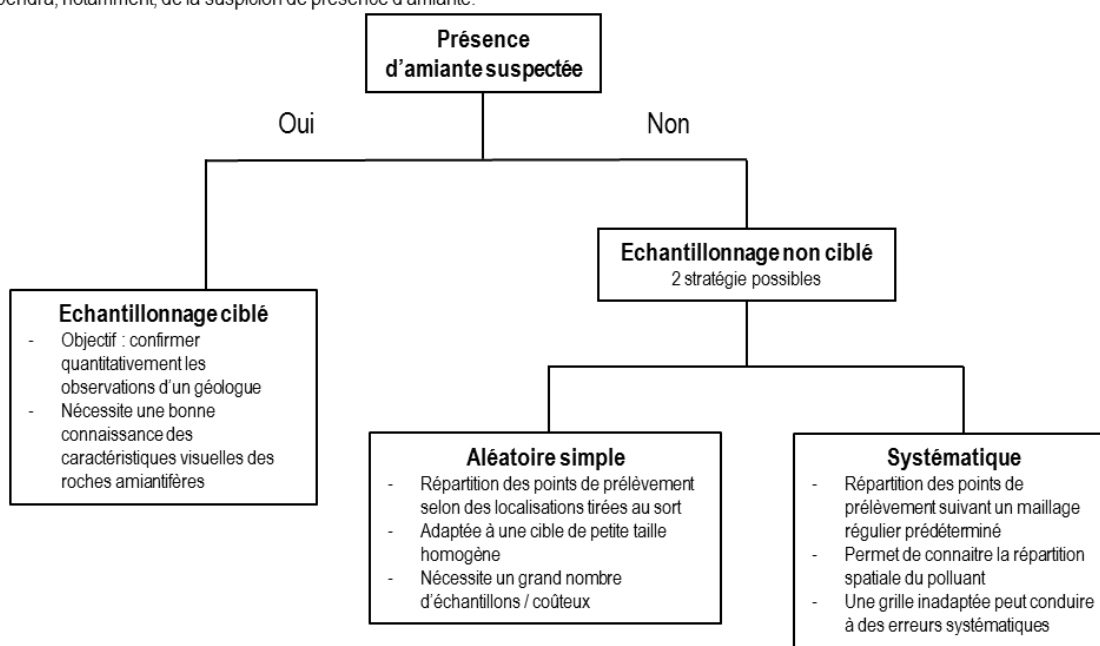
ANSES (2010) : Affleurements naturels d'amiante. Rapport d'étude. 248 pp. Maisons-Alfort
ANSES (2015) : Rapport d'expertise collective relatif aux effets sanitaires et à l'identification des fragments de clivage d'amphiboles issus de matériaux de carrière. (Saisine 2014-SA-0196). Maisons-Alfort, ANSES, 218 p
Clinkenbeard J.P. et al., Guidelines for geologic investigations of naturally occurring asbestos in California, California Geological Survey, 2002
Lahondère D. et al., Exposition aux fibres asbestiformes dans les industries extractives : identification des sites potentiellement concernés en France métropolitaine. Rapport final BRGM/RP-61977-FR – 2013 – p. 172
BRGM : InfoTerre, portail web d'accès aux données scientifiques du BRGM

Echantillonnage

L'objectif de l'échantillonnage est d'obtenir un échantillon représentatif permettant de mettre en évidence la présence d'amiante, de distinguer les différentes fibres éventuellement présente et d'en mesurer la concentration.

En cas de suspicion de présence d'amiante d'origine anthropique (sol pollué), la stratégie d'échantillonnage peut s'inspirer de celle utilisée en cas de présence d'amiante d'origine naturelle suspectée, résumée ci-dessous :

Une étude préliminaire du site, par un géologue ou un expert, doit permettre de mettre en place une stratégie d'échantillonnage qui dépendra, notamment, de la suspicion de présence d'amiante.



Prélèvements

Le nombre d'échantillons prélevés doit être représentatif du site étudié et dépend des objectifs de l'étude et des différentes contraintes environnementales, logistiques et économiques. Dans le cas d'un échantillonnage ciblé, le nombre de prélèvements est en général faible. Dans le cas d'un échantillonnage non ciblé, le nombre de prélèvements varie selon le niveau de certitude désiré et peut être déterminé à partir de considérations statistiques.

La procédure de prélèvement doit permettre d'éviter la contamination des échantillons : nettoyage des outils ou utilisation d'outils à usage unique.

En cas de présence d'amiante suspectée, des dispositions particulières sont à prendre afin d'assurer la protection des opérateurs. Elles sont définies par les articles R4412-94 à 148 du code du travail et par ses arrêtés d'application.

Echantillonnage et prélèvements

Matériaux naturels géologiquement en place (2/2)

A2

Cas spécifique des sites et sols pollués

Dans le cas d'un site ou d'un sol pollué, l'amiante peut être à la fois d'origine naturelle et anthropique. Il n'existe pas de document ou de norme de référence présentant une stratégie d'échantillonnage et de prélèvement systématique dans le cas de terres amiantifères ou polluées par de l'amiante. La stratégie d'échantillonnage doit donc être établie au cas par cas, en fonction du contexte et des objectifs. Une étude préliminaire peut être utile à la définition du contexte et des objectifs, notamment concernant l'analyse historique et la synthèse des informations existantes sur les activités pratiquées du site (situation géographique, procédés industriels mis en œuvre, exploitants, propriétaires et usagers successifs, etc.).

Production d'un échantillon pour laboratoire

Certains paramètres liés aux prélèvements sont à discuter avec le laboratoire d'analyse :

- quantité d'échantillon (qui dépend en principe de l'hétérogénéité des matériaux et de leur granulométrie) ;
- homogénéité des échantillons ;
- type de contenant ;
- référencement des échantillons ;
- prélèvement d'échantillons conservatoires ;
- etc.

Les échantillons de laboratoire doivent être conditionnés en double ensachage et transportés de façon à préserver leur état au moment de l'échantillonnage.

Informations à destination du laboratoire

Le préleveur devra émettre un rapport d'échantillonnage, à destination du laboratoire d'analyse, contenant les informations suivantes :

- nom du site ;
- date du prélèvement ;
- nom du préleveur ;
- nature des matériaux ;
- dans le cas d'un affleurement naturel d'amiante :
 - o référence et coordonnées de l'affleurement naturel ;
 - o description de l'affleurement ;
 - o photographie et cartographie de l'affleurement avec localisation de la zone de prélèvement ;
- dans le cas d'un site ou d'un sol pollué pouvant contenir de l'amiante d'origines naturelle et/ou anthropique :
 - o référence et description du site ;
 - o photographie et cartographie du site avec localisation de la zone de prélèvement ;
 - o information relative à l'origine de l'amiante en cas de suspicion de présence d'amiante ;
- photographie des échantillons prélevés ;
- description visuelle des échantillons prélevés (description des différentes couches et sens d'orientation de la carotte le cas échéant).

Echantillonnage et prélèvements Enrobés bitumineux en œuvre (1/2)

A3

Documents de référence (novembre 2018)

Comité de Pilotage national «Travaux Routiers – Risques Professionnels» : Investigations préalables aux travaux de rabotage, démolition, recyclage et réutilisation d'enrobés bitumineux pour déterminer l'absence ou la présence d'amiante ou de HAP en forte teneur : Guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux (2013)

Echantillonnage

La caractérisation de l'amiante introduite dans les bitumes est faite en deux phases :

- recherche d'informations sur la chaussée concernée qui peut, dans certains cas, permettre de conclure à l'absence certaine d'amiante ;
- échantillonnage et analyse en laboratoire en cas de possibilité de présence d'amiante.

La nature de l'infrastructure et la date de réalisation des travaux peut, a priori, permettre de statuer sur la présence de fibres d'amiante additionnées au bitume.

Les ouvrages dont la réalisation date d'avant 1970 ou d'après 1995 ne doivent pas contenir de fibres d'amiante ajoutées.

Les infrastructures suivantes ne sont pas susceptibles d'en contenir :

- rues et routes à faible trafic (voies communales, rurales, de quartier),
- trottoirs,
- voiries légères : parking, places urbaines (faible trafic).

Attention, l'amiante présent dans les enrobés bitumineux peut avoir deux origines :

- des fibres de chrysotile introduites dans les bitumes pour améliorer leurs performances ;
- des fibres d'amiante présentes naturellement dans les granulats utilisés dans les enrobés.

Le guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux ne tient compte que de la première catégorie de fibres et donne des indications générales sur la stratégie d'échantillonnage :

- lorsque l'homogénéité des différentes couches est observée, le guide propose la réalisation de deux prélèvements par zone homogène ;
- dans le cas d'une hétérogénéité des épaisseurs ou des structures, le guide indique que des investigations plus poussées doivent permettre de déterminer les lots qui pourront être considérés comme homogènes. Un prélèvement par section de 200 m de chaussées est un minimum.

Prélèvements

La procédure de prélèvement doit permettre d'éviter la contamination des échantillons : nettoyage des outils ou utilisation d'outils à usage unique.

En cas de présence d'amiante suspectée, des dispositions particulières sont à prendre afin d'assurer la protection des opérateurs. Elles sont définies par les articles R4412-94 à 148 du code du travail et par ses arrêtés d'application.

Le guide donne des indications sur la manière de réaliser des prélèvements par carottage dans les enrobés bitumineux en vue de réaliser des analyses par Microscopie Electronique en Transmission (MET) :

- le diamètre des carottes doit être compris entre 40 et 50 mm,
- la profondeur de carottage correspond à la profondeur de démolition ou de rabotage augmentée de la couche inférieure suivante,
- les carottes doivent être fractionnées suivant les différentes couches prélevées.

Echantillonnage et prélèvements Enrobés bitumineux en œuvre (2/2)

A3

Production d'un échantillon pour laboratoire

Certains paramètres liés aux prélèvements sont à discuter avec le laboratoire d'analyse :

- quantité d'échantillon (qui dépend en principe de l'hétérogénéité des matériaux et de leur granulométrie) ;
- homogénéité des échantillons ;
- type de contenant ;
- référencement des échantillons ;
- prélèvement d'échantillons conservatoires ;
- etc.

Les échantillons de laboratoire doivent être conditionnés en double ensachage et transportés de façon à préserver leur état au moment de l'échantillonnage.

Informations à destination du laboratoire

Le préleveur devra émettre un rapport d'échantillonnage, à destination du laboratoire d'analyse, contenant les informations suivantes :

- nom du site ;
- date du prélèvement ;
- nom de l'opérateur ;
- nature des matériaux ;
- informations quant à la présence d'amiante ajouté intentionnellement dans le bitume ;
- photographie des échantillons prélevés ;
- description visuelle des échantillons prélevés (description des différentes couches et sens d'orientation de la carotte le cas échéant).

Echantillonnage et prélèvements

Produits manufacturés en œuvre (1/2)

A4

Documents de référence (novembre 2018)

NF X 46-020 (août 2017) : Repérage des matériaux et produits contenant de l'amiante dans les immeubles bâtis – Mission et méthodologie

NF ISO 22262-1 (août 2012) : Qualité de l'air – Matériaux solides – Partie 1 : Echantillonnage et dosage qualitatif de l'amiante dans les matériaux solides d'origine commerciale

Echantillonnage

La norme NF X 46-020 donne des recommandations pour la réalisation de sondages et de prélèvements en vue de caractériser l'amiante contenu dans certains composants de la construction listés ci-dessous :

- couvertures, toitures, terrasses et étanchéités,
- parois verticales extérieures et façades,
- parois verticales intérieures,
- plafonds et faux-plafonds,
- planchers et planchers techniques,
- conduits et accessoires intérieurs,
- ascenseurs, monte-charges et escaliers mécaniques,
- équipement divers et accessoires,
- fondations et soubassements,
- aménagements, voiries et réseaux divers.

La norme NF ISO 22262-1 donne des recommandations pour le prélèvement d'échantillons et l'analyse qualitative de l'amiante de produits manufacturés dont certains sont visés par la norme NF X 46-020. Les autres sont contenus dans les catégories suivantes :

- emballages et vêtements en amiante,
- produits de friction contenant de l'amiante,
- récipients résistants à l'acide,
- talc, vermiculite, minéraux industriels
- boues de forage.

Prélèvements

La procédure de prélèvement doit permettre d'éviter la contamination des échantillons : nettoyage des outils ou utilisation d'outils à usage unique.

En cas de présence d'amiante suspectée, des dispositions particulières sont à prendre afin d'assurer la protection des opérateurs. Elles sont définies par les articles R4412-94 à 148 du code du travail et par ses arrêtés d'application.

Echantillonnage et prélèvements

Produits manufacturés en œuvre (2/2)

A4

Production d'un échantillon pour laboratoire

Certains paramètres liés aux prélèvements sont à discuter avec le laboratoire d'analyse :

- quantité d'échantillon (qui dépend en principe de l'hétérogénéité des matériaux et de leur granulométrie) ;
- homogénéité des échantillons ;
- type de contenant ;
- référencement des échantillons ;
- prélèvement d'échantillons conservatoires ;
- etc.

Les échantillons de laboratoire doivent être conditionnés en double ensachage et transportés de façon à préserver leur état au moment de l'échantillonnage.

Informations à destination du laboratoire

Le préleveur devra émettre un rapport d'échantillonnage, à destination du laboratoire d'analyse, contenant les informations suivantes :

- nom du site ;
- date du prélèvement ;
- nom de l'opérateur ;
- nature des matériaux ;
- photographie des échantillons prélevés ;
- description visuelle des échantillons prélevés (description des différentes couches et sens d'orientation du prélèvement le cas échéant).

Echantillonnage et prélèvements Déchets mixtes

A5

Documents de référence (novembre 2018)

NF EN 14899 (avril 2006) : Caractérisation des déchets – Prélèvement des déchets – Procédure-cadre pour l'élaboration et la mise en œuvre d'un plan d'échantillonnage

FD CEN/TR 15310-1 (mars 2007) : Caractérisation des déchets – Prélèvement des déchets – Partie 1 : Guide relatif au choix et à l'application des critères d'échantillonnage dans diverses conditions

FD CEN/TR 15310-2 (mars 2007) : Caractérisation des déchets – Prélèvement des déchets – Partie 2 : Guide relatif aux techniques d'échantillonnage

FD CEN/TR 15310-5 (mars 2007) : Caractérisation des déchets – Prélèvement des déchets – Partie 5 : Guide relatif au processus d'élaboration d'un plan d'échantillonnage

Echantillonnage

La norme NF EN 14899 et les fascicules de documentation FD CEN/TR 15310-1, 2 et 5 donnent des recommandations pour l'échantillonnage et le prélèvement de déchets en vue de les caractériser.

Prélèvements

La procédure de prélèvement doit permettre d'éviter la contamination des échantillons : nettoyage des outils ou utilisation d'outils à usage unique.

En cas de présence d'amiante suspectée, des dispositions particulières sont à prendre afin d'assurer la protection des opérateurs. Elles sont définies par les articles R4412-94 à 148 du code du travail et par ses arrêtés d'application.

Production d'un échantillon pour laboratoire

Certains paramètres liés aux prélèvements sont à discuter avec le laboratoire d'analyse :

- quantité d'échantillon (qui dépend en principe de l'hétérogénéité des matériaux et de leur granulométrie) ;
- homogénéité des échantillons ;
- type de contenant ;
- référencement des échantillons ;
- prélèvement d'échantillons conservatoires ;
- etc.

Les échantillons de laboratoire doivent être conditionnés en double ensachage et transportés de façon à préserver leur état au moment de l'échantillonnage.

Informations à destination du laboratoire

Le préleveur devra émettre un rapport d'échantillonnage, à destination du laboratoire d'analyse, contenant les informations suivantes :

- nom du site ;
- date du prélèvement ;
- nom de l'opérateur ;
- nature des matériaux ;
- photographie des échantillons prélevés ;
- description visuelle des échantillons prélevés (description des différentes couches et sens d'orientation de la carotte le cas échéant).

Préparation et analyse Matériaux d'origine naturelle (1/2)

B1

Documents de référence (novembre 2018)

Il n'existe pas de documents de référence pour la préparation et l'analyse d'échantillons issus de matériaux d'origine naturelle. Les documents ci-dessous peuvent néanmoins être consultés :

Clinkenbeard J.P. et al., Guidelines for geologic investigations of naturally occurring asbestos in California, California Geological Survey, 2002
ANSES (2015) : Rapport d'expertise collective relatif aux effets sanitaires et à l'identification des fragments de clivage d'amphiboles issus de matériaux de carrière. (Saisine 2014-SA-0196). Maisons-Alfort, ANSES, 218 p

ANSES (2017) : Rapport d'expertise collective relatif aux particules minérales allongées. Identification des sources d'émission et proposition de protocoles de caractérisation et de mesures. (Saisine 2016-SA-0034). Maisons-Alfort, ANSES, 164 p

NF ISO 22262-2 (octobre 2014) : Qualité de l'air – Matériaux solides – Partie 2 : Dosage quantitatif de l'amiante en utilisant les méthodes gravimétriques et microscopiques

Asbestos: the analysts' guide for sampling, analysis and clearance procedures HSG248 HSE Books 2005 ISBN 978 0 7176 2875 2

Généralités

Il n'existe pas de référentiel spécifique pour les matériaux d'origine naturelle.

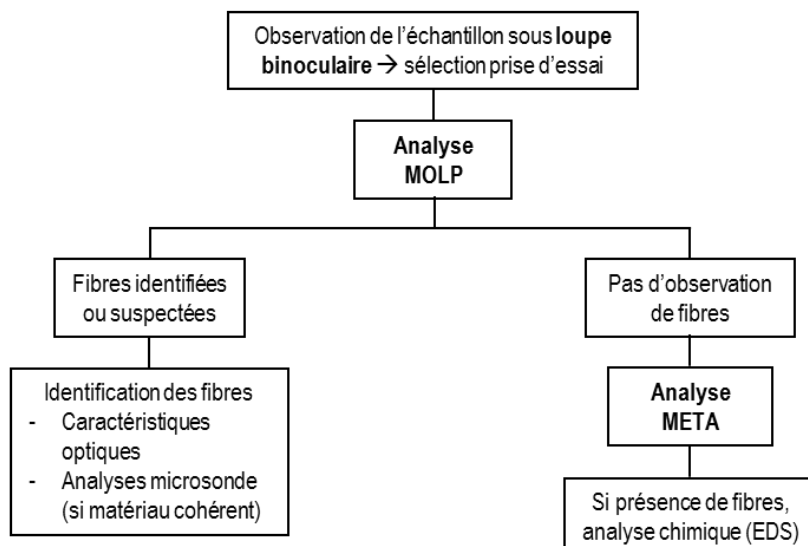
L'analyse de l'amiante dans un matériau d'origine naturelle n'est pas une analyse de routine

- Interférences possibles avec d'autres constituants ;
- Répartition hétérogène des fibres d'amiante ;
- Présence d'amiante en très faibles teneurs ;
- Présence de fragments de clivage.

Nécessité pour le laboratoire d'analyse de connaître le contexte : bonne communication entre les différents intervenants (géologue ou expert et laboratoire d'analyse)

Analyse

Le rapport de l'ANSES sur les Particules Minérales Allongées (2017) propose la stratégie analytique suivante (analyse qualitative) :



Une analyse par diffraction des rayons X en amont de toute analyse pourrait permettre de contextualiser les résultats.

L'analyse META proposée par l'ANSES peut éventuellement être remplacée par une analyse MEBA. Attention, l'analyse MEBA permet une identification sur la base de la morphologie et de la composition chimique des fibres mais ne donne pas d'information d'ordre cristallographique.

Préparation et analyse Matériaux d'origine naturelle (2/2)

B1

Préparation d'un échantillon pour essai

Microscopie optique à lumière polarisée (MOLP)

- Si matériaux naturels cohérent : préparation d'une ou plusieurs lames minces polies. Le nombre de lames doit être déterminé par le géologue / préleveur et dépend de l'hétérogénéité de l'échantillon.
- Si matériaux naturels meubles ou pulvérulents : préparation sur lame des grains d'intérêt sélectionnés, après broyage manuel éventuel de l'échantillon (éviter le surbroyage susceptible de générer des fragments de clivage).

Microscopie électronique en transmission analytique (META)

- Préparation de grilles MET après broyage de l'échantillon et dispersion dans de l'éthanol (NF ISO 22262-1)

Microscopie électronique à balayage analytique (MEBA)

- Déposer la prise d'essai sur un porte-échantillon en graphite ou sur une bande adhésive double face sur une porte-échantillon MEB (NF ISO 22262-1)

Avant examen microscopique, une préparation chimique ou physique des échantillons peut permettre d'éliminer une grande partie des constituants autres que l'amiante et ainsi faciliter la détection des fibres :

- Elimination des constituants organiques par calcination
- Elimination des constituants solubles (calcite, gypse, etc.) par traitement à l'acide (tenir compte de l'impact sur l'indice de réfraction du chrysotile)

Points de vigilance

Le protocole analytique proposé par l'ANSES (2017) et présenté sur cette fiche doit encore être testé expérimentalement. Il s'agit d'un protocole d'analyse **qualitatif**. D'une manière générale, la réglementation n'impose pas aux laboratoires de réaliser une analyse quantitative de l'amiante dans une matrice solide. Les laboratoires doivent seulement justifier d'une limite de détection supérieure à 0,1 %.

Le broyage des échantillons issus de matériaux d'origine naturelle peut entraîner la formation de fragments de clivage s'il est trop virulent. Un broyage mécanique de l'échantillon ne doit pas être utilisé car il peut entraîner une modification du matériau telle une amorphisation de surface (ANSES 2017).

L'interprétation des résultats d'analyse concerne l'ensemble de la chaîne (demandeur, préleveur/géologue, laboratoire d'analyse). Dans le cas de l'analyse de l'amiante dans un matériau d'origine naturelle, les résultats doivent être mis en relation avec le contexte et la stratégie d'échantillonnage utilisée par le géologue.

Préparation et analyse Enrobés bitumineux (1/2)

B2

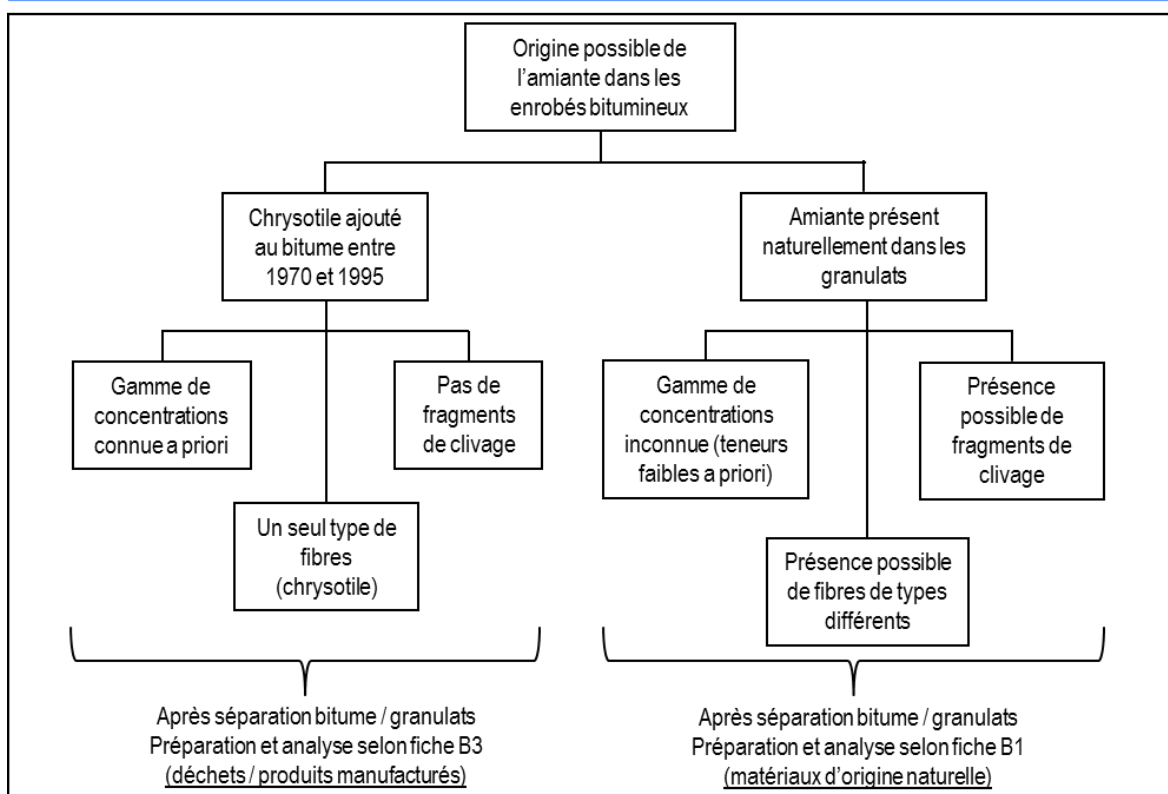
Documents de référence (novembre 2018)

NF ISO 22262-1 (août 2012) : Qualité de l'air – Matériaux solides – Partie 1 : Echantillonnage et dosage qualitatif de l'amiante dans les matériaux solides d'origine commerciale

NF ISO 22262-2 (octobre 2014) : Qualité de l'air – Matériaux solides – Partie 2 : Dosage quantitatif de l'amiante en utilisant les méthodes gravimétriques et microscopiques

Comité de Pilotage national «Travaux Routiers – Risques Professionnels » (2013) : Investigations préalables aux travaux de rabotage, démolition, recyclage et réutilisation d'enrobés bitumineux pour déterminer l'absence ou la présence d'amiante ou de HAP en forte teneur : Guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux

Généralités



Préparation - Séparation bitume / granulats

La séparation bitume / granulats n'est pas réglementée et ne fait pas l'objet de méthodes normalisées. Néanmoins, plusieurs méthodes peuvent être employées par les laboratoires et il s'agit d'une étape importante pouvant impacter le résultat de l'analyse.

Méthode chimique : la séparation bitume / granulats peut être réalisée par dissolution du bitume dans un solvant chloré (trichloroéthylène, tétrachloroéthylène). La solution obtenue peut ensuite être filtrée et centrifugée afin d'éliminer les particules minérales restantes, puis distillée sous vide pour éliminer le solvant.

Méthode thermique : les granulats peuvent être séparés du bitume par calcination de l'enrobé bitumineux (NF EN 12697-39). Cette méthode ne permet pas l'analyse du bitume mais seulement des granulats. La température de calcination ne doit pas dépasser 500°C afin de ne pas entraîner de dégradation du chrysotile.

Préparation et analyse Enrobés bitumineux (2/2)

B2

Points de vigilance

D'une manière générale, la réglementation n'impose pas aux laboratoires de réaliser une analyse quantitative de l'amiante dans une matrice solide. Les laboratoires doivent seulement justifier d'une limite de détection supérieure à 0,1 %.

L'interprétation des résultats d'analyse concerne l'ensemble de la chaîne (demandeur, préleveur, laboratoire d'analyse). Les résultats d'analyse doivent être mis en relation avec le contexte et la stratégie d'échantillonnage utilisée par le préleveur.

Préparation et analyse Déchets et Produits manufacturés (1/2)

B3

Documents de référence (novembre 2018)

NF ISO 22262-1 (août 2012) : Qualité de l'air – Matériaux solides – Partie 1 : Echantillonnage et dosage qualitatif de l'amiante dans les matériaux solides d'origine commerciale

NF ISO 22262-2 (octobre 2014) : Qualité de l'air – Matériaux solides – Partie 2 : Dosage quantitatif de l'amiante en utilisant les méthodes gravimétriques et microscopiques (2014)

NF ISO 22262-3 (janvier 2017) : Qualité de l'air – Matériaux solides – Partie 3 : Dosage quantitatif de l'amiante par la méthode de diffraction des rayons X

NF X 46-020 (août 2017) : Repérage des matériaux et produits contenant de l'amiante dans les immeubles bâtis – Mission et méthodologie

Généralités

La norme NF ISO 22262 (parties 1, 2 et 3) donne des recommandations pour la préparation d'échantillons et l'analyse qualitative et quantitative de l'amiante d'origine commerciale dans certains produits manufacturés.

Les recommandations de cette norme sont très détaillées et concernent les domaines suivants :

- Méthodes de concentration des fibres par élimination des constituants autres que l'amiante ;
- Préparation des échantillons pour analyse par MOLP, MEBA, META ou DRX
- Modes opératoires de quantification de l'amiante après préparation des échantillons.

L'annexe A des parties 1 et 2 de la norme NF ISO 22262 présente une liste de produits manufacturés susceptibles de contenir de l'amiante et pour chacun d'eux, le type de fibres attendu, une estimation de la fraction massique ainsi que le mode opératoire d'analyse optimal. Les produits manufacturés concernés par la norme sont les suivants :

- Panneaux plats en amiante-ciment,
- Plaques ondulées en amiante-ciment,
- Tuyaux ou conduits en amiante-ciment,
- Moulures en amiante-ciment,
- Panneaux de construction légers ou panneaux ignifuges contenant de l'amiante,
- Calorifugeages contenant de l'amiante pour tuyaux et chaudières,
- Emballages et vêtements en amiante,
- Cartons amiantés,
- Mousses d'amiante,
- Amiante floqué,
- Revêtements décoratifs floqués,
- Composés à joint pour panneau de revêtement en plâtre,
- Compositions et mastics applicables à la truelle contenant de l'amiante,
- Revêtements de sol contenant de l'amiante,
- Dalles asphaltes ou PVC-amiante,
- Joints en amiante caoutchoutés,
- Produits de friction contenant de l'amiante,
- Récipients résistants à l'acide,
- Milieux filtrants,
- Revêtements bitumineux,
- Enduits de mur et de plafond,
- Boues de forage,
- Produits chimiques pour la construction et autres produits.

Préparation et analyse Déchets et Produits manufacturés (2/2)

B3

Points de vigilance

D'une manière générale, la réglementation n'impose pas aux laboratoires de réaliser une analyse quantitative de l'amiante dans une matrice solide. Les laboratoires doivent seulement justifier d'une limite de détection supérieure à 0,1 %.

L'arrêté du 6 mars 2003 relatif aux compétences des organismes procédant à l'identification d'amiante dans les matériaux et produits ne discute pas de la taille des fibres à prendre en considération.

L'interprétation des résultats d'analyse concerne l'ensemble de la chaîne (demandeur, préleveur, laboratoire d'analyse). Les résultats d'analyse doivent être mis en relation avec le contexte et la stratégie d'échantillonnage utilisée par le préleveur.

La liste des produits manufacturés présentée précédemment n'est pas exhaustive