

SYNTHESE / EXTENDED ABSTRACT
FRANÇAIS / ENGLISH

**CARACTERISATION DE L'AMIANTE
DANS UNE MATRICE SOLIDE :**
**ETAT DE L'ART &
GUIDE DE RECOMMANDATIONS DES BONNES PRATIQUES**

***ASBESTOS CHARACTERIZATION IN SOLID MATRIX:
STATE OF THE ART &
GOOD PRACTICES GUIDELINES***

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

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 de fibres ;
- 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 led 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

Contexte de l'étude

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.

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 (entre 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, 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.

Objectifs et plan de l'étude

Les objectifs de l'étude sont les suivants :

- 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,
- réaliser une synthèse des nouvelles techniques analytiques développées ou en cours de développement pour l'analyse de fibres d'amiante dans les matrices solides intégrant les méthodes permettant de mesurer la fraction libérable de fibres,
- établir des recommandations de bonnes pratiques permettant de fiabiliser les différentes étapes : prélèvements, préparations des échantillons, analyse des fibres et interprétation des résultats.

Les travaux ont été menés selon un programme en trois phases :

Dans un premier temps, un état de l'art des connaissances sur les fibres amiantifères dans les matrices solides a été réalisé : une revue sémantique et une définition des termes utilisés dans

Background information

Asbestos is a generic term for qualifying a fibrous silicate mineral from two groups of rock:

- *chrysotile from the group of serpentines,*
- *5 minerals from the group of amphiboles: amosite, tremolite, crocidolite, anthophyllite, actinolite.*

Due to their thermal (fire resistance, low conductivity) and mechanical (traction, flexion, wear...) properties and their low cost, asbestos has been widely used in many areas such as industry (insulation, friction materials, brake...), building (isolation, fibro-cement, mortars,) and civil engineering (asphalt).

Asbestos turned out to be dangerous when inhaled and ingested. Its use has been forbidden since 1997 and its handling (asbestos removal, enclosure, extraction...) strictly regulated (Ruling of 23 February 2012 and Decree 2012-639 of 4 May 2012).

In the cases of civil engineering worksites, deconstruction, building rehabilitation, work of maintenance or transport infrastructures renovation, the handling of asbestos problem is a major challenge regarding respect for health conditions (risk management, selection of adapted waste treatment and disposal sectors), costs and deadline. Asbestos identification and characterization in solid matrix become essential and decisions, with serious economic and sanitary consequences, need to be able to rely on reliable characterization techniques.

Analysis of asbestos fibers in solids matrix can be done using different analytical methods from microscopic (optical microscopy, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy...) to crystallographic analysis (X-ray diffraction) which all are complex methods whose implementation and result interpretation need qualified and experienced operator. Feedback show that routine analytical methods currently used, based on optical or transmission electron microscopy, may give contradictory results.

Objectives and study plan

The objectives of the study are the following:

- *synthesizing currently used sampling methods and analytical techniques for asbestos in solid matrix,*
- *synthesizing new or under development analytical techniques, including methods for fiber emissivity evaluation,*
- *setting good practices guidelines for making sampling, sample preparation, analysis and results interpretation more reliable.*

The work was carried out in three phases:

In a first time, a state of the art of the knowledge about asbestos in solid matrix was presented: after giving some important definitions, current situation concerning fibers eventually present in matrix such as aggregates, asphalt or contaminated soils and related regulation in the world were synthesized.

Then, a state of the art of asbestos characterization in solid matrix is proposed. In addition to the presentation of the different techniques used for asbestos characterization (sampling methods, samples preparation, fibers identification), studies focusing on asbestos fibers emissivity from solid matrix are also described.

le domaine de l'amiante sont proposées. Une synthèse de la situation actuelle concernant les fibres potentiellement présentes dans les matrices de type granulats, enrobés, terres contaminées et la réglementation française et étrangère associée est présentée.

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 (techniques de prélèvement, préparation des échantillons, identification des fibres), cette seconde partie présente également les études relatives à l'émissivité des matrices solides contenant de l'amiante.

Enfin, un groupe de travail réunissant différentes entités concernées par la caractérisation de l'amiante dans les matrices solides (maîtres d'ouvrage, maîtres d'œuvre, laboratoires, etc.) a été mis en place afin d'aboutir à la rédaction d'un guide de recommandations des bonnes pratiques.

Synthèse des connaissances sur l'amiante dans les matrices solides

Définitions

L'amiante est un terme commercial qui décrit une famille de 6 minéraux silicatés de forme fibreuse appartenant à deux groupes minéralogiques distincts : les amphiboles et les serpentines. Les groupes des amphiboles et des serpentines comprennent de nombreux minéraux qui, selon leur habitus, pourront être considérés comme asbestiformes ou non.

Deux conditions doivent être réunies pour qu'une particule soit considérée comme une fibre d'amiante, au sens réglementaire du terme :

- sa composition chimique et sa minéralogie doivent correspondre à l'une des 6 variétés d'amiante réparties entre les amphiboles et les serpentines,
- sa morphologie doit être asbestiforme : il s'agit d'une cristallisation naturelle et unidimensionnelle d'un minéral aboutissant à la formation de fibres.

Les fragments de clivage sont des particules minérales issues de la fragmentation de minéraux non asbestiformes, dont notamment les amphiboles non asbestiformes, sous l'effet d'une action mécanique. Les fragments de clivages ont la même composition chimique que les fibres d'amiante et peuvent présenter une morphologie proche. La distinction entre ces deux types de particules est complexe et en général délicate avec les méthodes d'analyse classiquement utilisées.

Réglementation

Les propriétés d'isolation thermique ou phonique de l'amiante, ses bonnes performances mécaniques et son faible coût expliquent l'usage très répandu qui en a été fait depuis plus d'un siècle. Néanmoins, l'impact de l'amiante sur la santé a entraîné une réglementation stricte à travers le monde quant à son utilisation et sa manipulation voire une interdiction dans plus de 50 pays.

En France, la réglementation ne donne pas de seuil pour définir un matériau amiantifère, ce qui signifie que la présence d'amiante est absolument interdite. Dans d'autres pays, l'usage ou la manipulation de matériaux contenant de l'amiante ne sont interdits qu'au-delà d'un certain seuil. En Allemagne, la mise sur le marché ou l'usage de produits contenant de l'amiante au-delà de 0,1% en masse sont interdites depuis 2010. Au Japon, le même seuil est appliqué depuis 2012 pour la manufacture, l'importation, le transport, la fourniture et l'usage de toute forme

Lastly, a working group has been set up with stakeholders involved in works concerned by asbestos in solid matrix issue (project owners, project manager, laboratories, etc.) leading to the elaboration of a handbook of good practices guidelines.

Knowledge synthesis about asbestos in solid matrix

Definitions

Asbestos is a commercial term describing a group of 6 fibrous silicate minerals belonging to two varieties: amphiboles and serpentines. These two varieties include a lot of minerals which are asbestiform or not according to their habit.

Two conditions need to be satisfied for a particle to be considered as asbestos:

- *its chemical composition and its mineralogy must correspond to one of the six asbestos varieties divided into two families: amphiboles and serpentines,*
- *its morphology must be asbestiform: this is a natural and unidimensional mineral crystallization leading to the formation of fibers.*

To each of the 6 asbestiform minerals corresponds a non-asbestiform one, presenting the same chemical composition but a different crystalline structure.

Cleavage fragments are inorganic particles resulting from non-asbestiform minerals, including non-asbestiform amphiboles, fragmentation under mechanical action. Cleavage fragments present the same chemical composition as asbestiform ones and may show the same morphology. Distinguishing both types of particle is usually very complex and difficult with analytical methods currently used.

Regulation

Thermal or phonic isolation asbestos properties, its good mechanical characteristics and its low price are responsible for its widespread use for more than a century. However, its use and handling have been strictly regulated, even forbidden in more than 50 countries due to its effects on health.

In France, regulation does not give threshold to define an asbestiform material, meaning that asbestos is absolutely forbidden. In some other countries, asbestos containing materials use and handling are only forbidden beyond a threshold. In Germany, selling or using asbestos containing materials has been forbidden since 2010 if asbestos content is more than 0.1%. In Japan, the same threshold has been applied since 2012 for manufacturing, importation, transport, supply and use of asbestos or every asbestos containing material. In the USA, a 1% threshold has been defined in 1973 but the US Environmental Protection Agency acknowledges that this value is not based on risk evaluation and recommends today to evaluate the possibility of fibers emissivity. In Italy, a fiber release index was defined in 1996, allowing the risk evaluation for asbestos handling. A mechanical wear test on rock is performed and the release index corresponds to the ratio between released fibers content and relative material density. The material is considered as dangerous when the index is more than 0.1.

In addition to asbestos content, the dangerous nature of asbestos containing material is linked to fiber emissivity whose evaluation is complex, because it depends on

d'amiante, de préparation amiantée ou de tout matériau contenant de l'amiante. Aux Etats-Unis, un seuil de 1% a été défini en 1973 mais l'Agence de Protection de l'Environnement (US EPA) reconnaît que ce seuil n'est basé sur aucune évaluation des risques et recommande aujourd'hui d'évaluer le potentiel d'émissivité des fibres. En Italie, un indice de libération des fibres a été défini en 1996, permettant d'évaluer le risque de manipulation de l'amiante. Un essai d'usure mécanique de la roche est réalisé et l'indice de libération correspond au rapport du pourcentage de fibres libérées à la densité relative de l'échantillon. Le matériau est déclaré dangereux si l'indice de libération dépasse 0,1.

Outre la teneur en amiante, la dangerosité d'un matériau amiantifère est liée à l'émissivité des fibres dont l'évaluation est complexe car dépendante de la nature du matériau ou du type de contrainte appliquée. Des méthodes de mesure sont à l'étude pour développer ce type d'essais.

Origine et types de fibres dans les matrices solides

L'origine et le type de fibres dans les matrices solides provenant de chantiers de génie civil et de travaux publics ou de travaux de dépollution de terres contaminées sont variés et conditionnent la stratégie de caractérisation à adopter.

Concernant les matériaux d'origine naturelle (sols, roches, granulats naturels, matériaux d'excavation, etc.), le BRGM a publié une étude en 2013 dont le but était d'établir, pour la France métropolitaine, une liste des carrières potentiellement concernées. Cette étude classe les formations géologiques en quatre catégories :

- alea de niveau 1 : formations dans lesquelles aucun indice d'amiante n'est connu et pour lesquelles la probabilité d'occurrence est nulle ou quasiment nulle,
- alea de niveau 2 : formations géologiques dans lesquelles des occurrences d'amiante très localisées et exceptionnelles sont connues,
- alea de niveau 3 : formations géologiques dans lesquelles les occurrences d'amiante sont plus fréquentes mais encore localisées et non systématiques,
- alea de niveau 4 : formations géologiques dans lesquelles des occurrences d'amiante sont très nombreuses et pour lesquelles la probabilité d'occurrence de minéraux amiantifères est forte.

En ce qui concerne les enrobés bitumineux, l'amiante potentiellement présent peut avoir une double origine : des fibres d'amiante de type chrysotile introduites dans les bitumes (entre 1974 et 1995 en France) et des fibres d'amiante présentes naturellement dans les granulats.

La problématique amiante des sites et sols pollués peut avoir des origines différentes :

- sites industriels anciens d'extraction ou de transformation d'amiante,
- sites industriels anciens ayant mis en œuvre des matériaux amiantés,
- présence de déchets amiantés issus de la démolition de bâtiments, de structure ou d'équipements industriels.

La présence de minéraux asbestiformes d'origine naturelle dans certaines roches peut également être envisageable dans les sites et sols pollués.

Dans tous les cas, si la présence d'amiante est connue ou peut être présumée, la détermination de la nature des fibres doit faire l'objet d'études spécifiques à chaque cas de manière à adapter la stratégie d'échantillonnage et de prélèvement et les méthodes d'analyse à chaque problématique.

material nature or on applied stress. Measurement methods are studied in order to develop this kind of tests.

Types and origin of fibers in solid matrix

The types and the origin of fibers in solid matrix coming from civil engineering and public works projects or from contaminated soils depollution works are various and influence the characterization strategy to adopt.

Concerning natural materials (soils, rocks, natural aggregates, excavation materials, etc.) the BRGM published a survey in 2013 aiming at listing potentially concerned quarries in metropolitan France. Four categories were defined for geological formations:

- *1st level of risk: geological formations in which asbestos was not observed and for which asbestos occurrence probability is almost zero,*
- *2nd level of risk: geological formations in which exceptional asbestos occurrences are known,*
- *3rd level of risk: geological formations in which asbestos occurrences are more frequent but still local and not systematic,*
- *4th level of risk: geological formations in which a number of asbestos occurrences exists and for which asbestiform materials occurrence probability is high.*

Concerning asphalt, asbestos may come from two sources: chrysotile fibers introduced in bitumen (between 1974 and 1995 in France) and asbestos fibers naturally present in aggregates.

Asbestos issue in contaminated sites and soils may come from different sources:

- *old industrial sites for asbestos extraction or transformation,*
- *old industrial sites where asbestiform materials were processed,*
- *presence of asbestos wastes coming from building, structure or industrial equipment demolition.*

The occurrence of natural asbestiform materials in some rocks may also be considered in contaminated sites and soils.

For the different cases, if asbestos occurrence is known or may be suspected, the nature of fibers need to be determined with specific survey in each situation in order to adapt the sampling strategy and analytical techniques to each issue.

State of the art of asbestos characterization in solid matrix

Sampling

The sampling strategy depends on survey objectives and context. The sampling plan to be elaborated will be a compromised between the objectives, the available means and the environmental and sanitary constraints.

Concerning asbestos natural outcrop (soils, rocks, quarries, etc.), there is not specific reference document or norm in France simply describing the sampling strategy to adopt and the number of sample to get. Depending on the contexts and issues (works in quarries, on road or in tunnels) the strategy need to be adapted. The California Department Conservation elaborated a guide in 2002 describing two sampling strategies:

Etat de l'art des pratiques liées à la caractérisation de l'amiante dans une matrice solide

Echantillonnage et prélèvements

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.

Dans le cas des affleurements naturels d'amiante (sols, roches, carrières, etc.), 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. Le California Department Conservation a élaboré un guide édité en 2002 mettant l'accent sur deux stratégies d'échantillonnage :

- l'échantillonnage ciblé, basé sur des considérations géologiques qui a pour objectif de confirmer la présence d'amiante ;
- l'échantillonnage non ciblé lorsque la présence d'amiante n'est pas particulièrement suspectée (échantillonnage selon un maillage irrégulier ou selon un maillage régulier).

Dans le cas des granulats naturels et des autres matériaux en stock, la stratégie d'échantillonnage et de prélèvements peut être issue des recommandations de la norme NF EN 932-1 (échantillonnage et prélèvement des granulats).

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.

Concernant les enrobés bitumineux, la stratégie d'échantillonnage et de prélèvements peut être inspirée du Guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux établi sous l'égide du Comité de pilotage national « Travaux Routiers et Risques Professionnels » (2013).

Dans le cas des déchets, il convient de s'appuyer sur 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 cependant 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

- *targeted sampling, based on geological considerations, whose objective is to confirm asbestos presence,*
- *non-targeted sampling when asbestos presence is not particularly suspected (spatially irregular or regular sampling).*

Concerning natural aggregates and materials in piles, sampling strategy may be based on recommendations from the norm NF EN 932-1 (aggregates sampling).

Due to the asbestos origin in contaminated sites and soils (natural and/or anthropic), a specific sampling strategy must be deployed, depending on objectives and context. A preliminary survey whose objective is to get information about asbestos origin (historical analysis, geological map, lithological nature of geological formations for naturally occurring asbestos, geographical situation, executed process, successive site users for anthropic asbestos) may help defining an adequate sampling strategy.

For asphalt sampling, the strategy may be based on recommendations from the « Guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux » established under supervision of the national steering committee « Travaux Routiers et Risques Professionnels » (2013).

In the case of wastes, the norm NF EN 14899 which specifies procedure to respect in order to deploy a sampling plan should be consulted. 5 documentation files, written as technical guides, are available for supporting user in applying the norm (FD CEN/TR 15310 part 1 to 5). Part 1 specially focuses on statistical sampling principles and gives statistical tools for designing a trial program supposed to be applied to sampling in different conditions. Part 5 gives advices for sampling plan elaboration and specifically focuses on strategic decisions to make depending on sampling objectives. These documents are not specific and do not give precisions about asbestos containing wastes.

Concerning deconstruction wastes or industrial wastes from asbestos containing products, sampling practices from repository relating to building diagnostic may be appropriate. In France, appendix A from the norm NF X 46-020, relating to asbestos containing materials and products detection in building set the drilling campaign and sampling to do for the most common construction materials likely to contain asbestos. The appendix B focuses on sampling methods and quantities to sample.

Sample preparation and analysis

The test sample and the sample preparation must allow getting results that are representative of the global sample received by the laboratory. Sample preparation methods have been developed to overpass difficulties relating to the detection and the characterization of asbestos in solid matrix:

- *possible interferences between fibers and other constituents,*
- *inhomogeneous fibers distribution in the matrix,*
- *very low asbestos content.*

Three preparation methods are available for removing a great amount of other constituents than asbestos leading to its masse fraction increase

- *removal of organic constituents by calcination between 300 and 500°C,*
- *removal of constituents such as gypsum or calcite by hydrochloric acid dissolution,*

l'amiante, les pratiques en termes d'échantillonnage et de prélèvements issues des référentiels relatifs aux diagnostics bâtiments peuvent s'avérer pertinentes. En France, l'annexe A de la norme NF X 46-020 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.

Préparation des échantillons et techniques d'analyse

La prise d'essai et la préparation des échantillons doivent permettre aux résultats d'analyse d'être représentatifs du prélèvement reçu par le laboratoire. Des méthodes de préparation des échantillons ont été mises au point de manière à surmonter les difficultés de détection et de caractérisation de l'amiante dans une matrice solide :

- interférences possibles entre les fibres d'amiante et les autres constituants,
- distribution hétérogène des fibres dans la matrice,
- teneur en fibres très faible.

Trois méthodes de préparation permettent d'éliminer une grande partie des constituants autres que l'amiante de manière à ce qu'il représente une fraction massique plus élevée :

- élimination des constituants organiques par calcination entre 300 et 500°C,
- élimination de constituants tels que la calcite ou le gypse par dissolution à l'acide chlorhydrique,
- élimination de gros grains de sable ou de gros granulats restant par sédimentation.

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 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 MOLP 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 ;
- la méthode de quantification par estimation visuelle est très dépendante de l'opérateur et dépend également de l'hétérogénéité de l'échantillon analysé ;

- *removal of remaining large sand particles or large aggregates by sedimentation.*

Several analytical methods are available for asbestos characterization in solid matrix. Some of them allow the acquisition of information about fibers morphology and mineralogy (Polarized Light Optical Microscopy (PLM), Scanning Electron Microscopy (SEM), Transmission Electron Microscopy (TEM)) and others focus on one of both characteristics such as X-Ray diffraction (XRD) and can just be used in a specific context or in addition to other methods.

Interesting possibilities given by these methods need to be contrasted with their important complexity. Their use need advanced skills and results from fibers morphology analysis (fibers identification and quantification) are based on handling by specific skilled operators. Microscopic techniques cannot be routinely used because they need specific skills and equipment and analysis delays are long.

Compared to other microscopic techniques, PLM present the following advantages:

- *low cost technique, simpler and faster to deploy than electron microscopy,*
- *differentiation of asbestos and non-asbestos fibers.*

Nevertheless, this technique present some disadvantages:

- *detection and identification capacities are limited by the optical microscope resolution around 1 µm. The detection of fine fibers,*
 - *the quantification method by visual estimation very depends on operator and on sample heterogeneity,*
 - *a sample treatment by hydrochloric acid may lead to a decrease of chrysotile refraction index, that need to be taken into account during analysis by PLM,*
 - *distinguishing some amphiboles varieties may be difficult.*
- In such a case, further analysis by electron microscopy, by X-ray dispersion and/or electronic diffraction, by X-ray diffraction or by infrared spectroscopy may be necessary.*

Contrary to optical microscopy techniques, SEM offers the following advantages:

- *a better resolution, meaning better detection and quantification capacities,*
- *capacity of distinguishing asbestos fibers from cleavage fragments,*

Nevertheless, SEM shows some limits:

- *its use cost much more than using PLM;*
- *SEM gives information about fibers chemical composition and morphology but not about crystallography;*
- *it is a complex technique, harder to deploy for routine analysis.*

TEM allows the analysis of sample morphology, crystalline structure and chemical composition and is considered as the most reliable technique for asbestos analysis. In addition, its resolution (until 0.01 µm) is high enough for the characterization of fibers too thin to be identified using other methods.

Nevertheless, TEM is able to determine fiber size and nature in air or in materials but not always to discriminate asbestos from cleavage fragments. Indeed, TEM result is just a projection on the plane coming from interactions between the sample and electrons that crossed it.

- un traitement à l'acide chlorhydrique de l'échantillon, 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 MEBA 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 de la MOLP ;
- la MEBA 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 META 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.

La Microscopie Electronique à Balayage à Effet de Champ (FESEM) permet de lever cette dernière limite mais ce type d'équipement reste très onéreux et plutôt adapté à la recherche scientifique.

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.

Par ailleurs, pour ces différentes méthodes, les sources d'incertitudes sur les mesures sont multiples. Cela rend les incertitudes difficilement quantifiables et explique pourquoi il n'existe pas de seuil ou d'exigence sur ces incertitudes.

Evaluation de l'émissivité des fibres

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.

En France, notamment, le projet PIMAC (Ministère de l'Environnement, de l'Energie et de la Mer et BRGM) a pour objectif de définir un protocole d'essai permettant de mettre en évidence la capacité d'un matériau à émettre des fibres d'amiantes dans l'air lorsqu'il est soumis à des contraintes mécaniques entraînant son usure.

Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) allow to overcome this difficulty but is expensive and more suitable for scientific research.

Finally, the choice of analysis method is laboratory's responsibility which must use the best method relating to the sample with the objective of getting a reliable result.

Moreover, there are several sources for measurement uncertainty for these analytical methods. This makes uncertainties hard to quantify and explains why there is no threshold on measurement uncertainties.

Evaluation of fibers emissivity

The hazard due to asbestos fibers in solid matrix relates to their release in air during material life. Several surveys, in different contexts, focused on the emissivity of fibers contained in solid matrix for the purpose of estimating asbestos containing material dangerousness.

In France, the PIMAC project (from Environment ministry and BRGM) aimed at defining an experimental protocol for evaluating the material capacity to release asbestos fibers in air when it is submitted to mechanical stress.

The literature review that was carried out during the first part of this study has shown that several teams in the world are more and more working on the development of this type of experiment (Italy, Germany, USA, etc.).

Certainly, the emissivity study is difficult because fibers liberation depends on different factors such as the matrix type or the material environment. Despite of this, it seems obvious that the regulation about asbestos containing materials and their dangerousness should take fibers emissivity into account. This could limit the economic impact that asbestos issue generates by reducing additional costs involved by asbestos presence.

Good practices guidelines guide

Guide presentation

The good practices guidelines guide for the characterization of materials susceptible to contain asbestos focuses on the following parts:

- *sampling methods ;*
- *sample preparation methods for laboratory experiments ;*
- *analytical techniques (identification and quantification) ;*
- *results interpretation.*

The good practices guidelines guide is made of two types of sheets: one series relating to sampling and another series about sample preparation and analysis. The group of sheets, dealing with every materials in which asbestos may occur, is as follow:

- *"Sampling"*
 - *aggregates and materials in piles;*
 - *natural materials, geologically in place;*
 - *asphalts in use;*
 - *manufactured products in use;*
 - *mixed wastes;*
- *"Preparation and analysis"*
 - *natural materials;*
 - *asphalts;*
 - *waste and manufactured products.*

A flowchart made with a series of questions about the material nature et the origin of asbestos that may occurs

La revue bibliographique réalisée au cours de cet état de l'art a mis en évidence que plusieurs équipes à travers le monde se tournent de plus en plus vers le développement de ce type d'essais (Italie, Allemagne, USA, etc.).

Certes, l'étude de l'émissivité est délicate du fait qu'elle est dépendante du type de matrice solide et de l'environnement dans lequel évolue le matériau.

Malgré cela, 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. Cela pourrait notamment permettre de limiter l'impact financier que la problématique amiante génère en réduisant les surcoûts introduits par la présence d'amiante.

Guide de recommandations des bonnes pratiques

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

Afin de s'assurer du caractère opérationnel des recommandations contenues dans le guide et de conforter les éléments apportés par les deux premières phases de l'étude, un groupe de travail piloté par le LERM a été mis en place. Les participants au groupe de travail ont été les suivants :

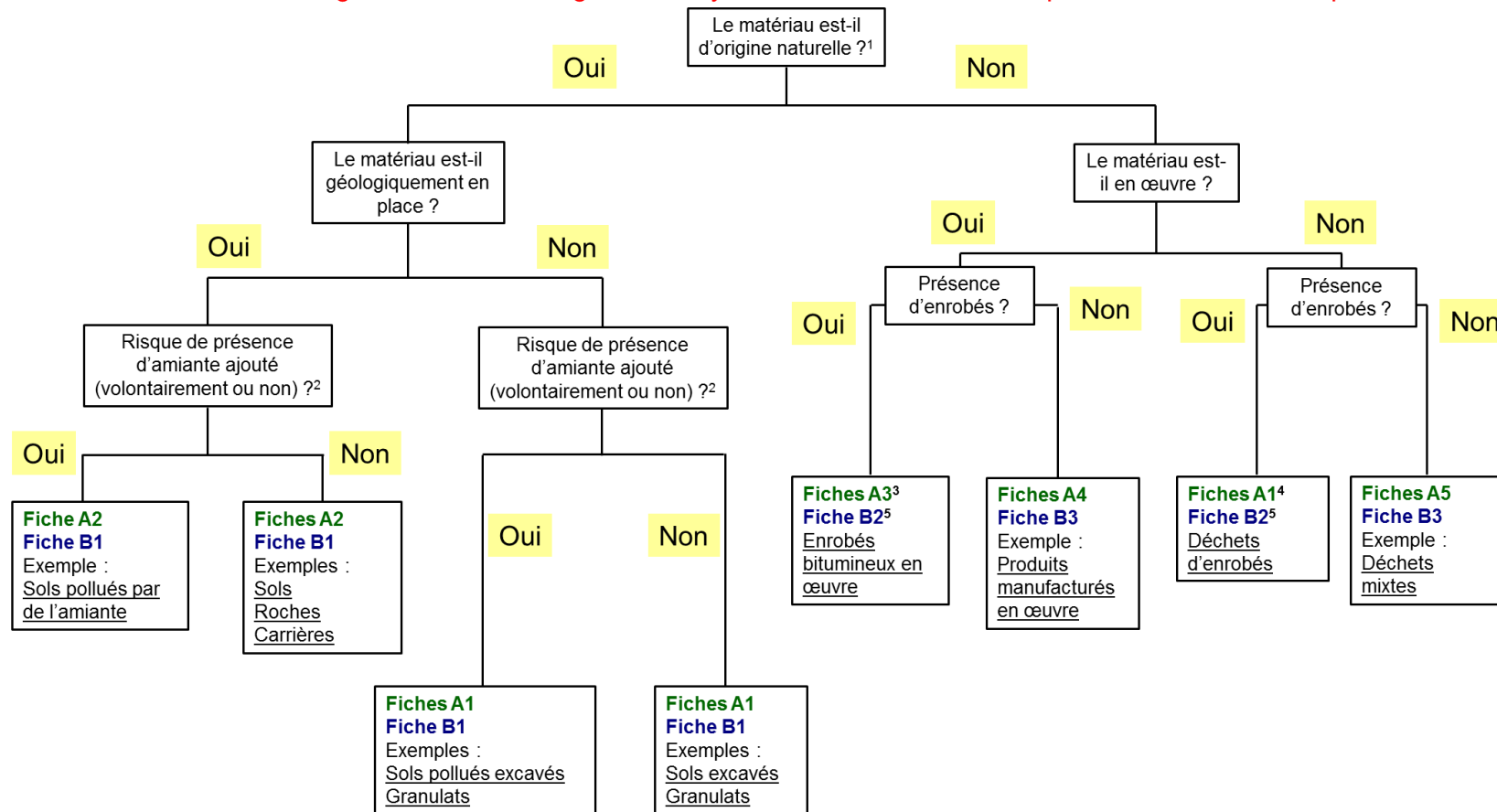
- Aziz Atiyeh (Setec Bâtiment),
- Jean-Pierre Beckman (Setec Bâtiment),
- Sauveur Casgha (Protec),
- Gilbert Castanier (EDF),
- Sophie Decreuse (CEMEX / UNPG),
- Nathalie Guiomar (ITGA),
- Johan Kasperski (CETU),
- Christine Leroy (USIRF),
- Thomas Millan (LERM),
- Isabelle Moulin (LERM),
- Dominique Rossini (LERM),
- Charles Sénéquier (AG Développement).

allows the guide user to determine which couple of sheets corresponds to his issue.

In order to ensure that guidelines are operational and to validate the information acquired during the two first parts of this study, a working group, coordinated by LERM was set up. The members of the working group were:

- Aziz Atiyeh (Setec Bâtiment),
- Jean-Pierre Beckman (Setec Bâtiment),
- Sauveur Casgha (Protec),
- Gilbert Castanier (EDF),
- Sophie Decreuse (CEMEX / UNPG),
- Nathalie Guiomar (ITGA),
- Johan Kasperski (CETU),
- Christine Leroy (USIRF),
- Thomas Millan (LERM),
- Isabelle Moulin (LERM),
- Dominique Rossini (LERM),
- Charles Sénéquier (AG Développement).

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.

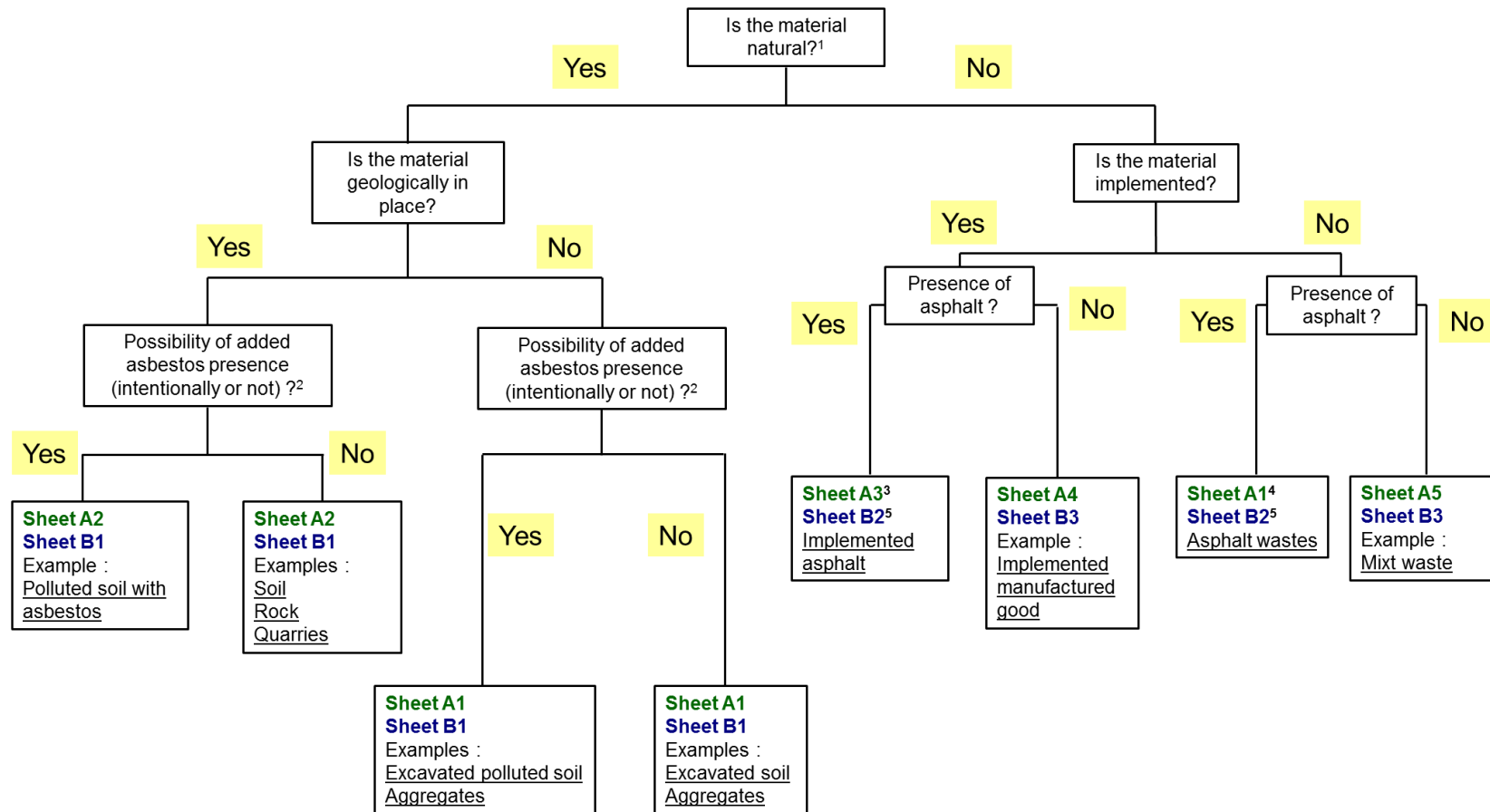
² L'amiante ajouté correspond aux fibres qui ne sont pas présentes naturellement dans le matériau.

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)

Choice of materials sampling and analysis strategies in case of suspected presence of asbestos



¹ A natural material may have been shaped or transformed by Man but its composition is the same as at the origin. That is why aggregates are supposed to be natural. The material natural origin means that the presence of naturally occurring asbestos is suspected.
² The added asbestos corresponds to the fibers that are not naturally occurring in the material.
³ The specific sampling techniques for implemented asphalt are described in the "Guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux" and have a dedicated sheet (A3).
⁴ The sampling techniques for asphalt wastes are the same as those for materials as stocks.
⁵ Asphalt has a dedicated « Preparation et Analysis » sheet because of their particularity (naturally occurring asbestos in aggregates and anthropic asbestos in bitumen)