

Lucerne, le 30.04.2019

### **Analyse d'échantillons de matériaux présentant une matrice complexe et une faible teneur en amiante: procédure et recommandations de la Suva**

Reproduction partielle interdite sans autorisation écrite préalable du secteur analytique.

<b>Auteurs:</b> Patrick Steinle, chef de team substances minérales et biologiques Paul Roth, spécialiste analytique Markus Schafer, expert analytique
---

Suva, secteur analytique, CH-6002 Lucerne
---

## **Sommaire**

### **1 Situation initiale**

- 1.1 Échantillons de matériaux complexes
- 1.2 Faibles teneurs en amiante
- 1.3 Limite de détection
- 1.4 Méthodologie de la Suva

### **2. Prélèvement des échantillons**

- 2.1 Représentativité
- 2.2 Échantillons composites
- 2.3 Échantillon

### **3. Préparation des échantillons**

- 3.1 Examen visuel
- 3.2 Homogénéisation, traitement thermique et à l'acide
- 3.3 Fixation sur le porte-échantillon

### **4. Analyse**

- 4.1 Microscopie optique en lumière polarisée
- 4.2 Microscopie électronique à balayage

### **5. Rapports**

Total pages (sans page de garde ni annexes): 10

#### Annexes:

- 1 Lettre aux laboratoires d'analyse d'amiante de la «liste FACH» concernant la préparation des échantillons
- 2 E-mail de la Suva aux laboratoires d'analyse d'amiante de la «liste FACH» contenant des recommandations relatives à l'analyse des crépis
- 3 Validation de la méthodologie à l'aide de la documentation de référence – Exemple de la Suva, secteur analytique

#### **Contact:**

##### **Suva, secteur analytique**

Patrick Steinle  
Chef de team substances minérales et bio-  
logiques  
Rösslimattstrasse 39  
6005 Lucerne

**Tél.:** 041 419 53 68

**E-mail:** patrick.steinle@suva.ch

## **1. Situation initiale**

### **1.1 Échantillons de matériaux complexes**

Depuis quelques années, les mastics vitriers, colles de carrelage et autres matériaux contenant de l'amiante représentent de véritables défis pour les laboratoires d'analyse.

Ces derniers temps, les crépis (enduits) amiantés traités dans le cadre de travaux de rénovation sont également en ligne de mire. Ces matériaux constituent aussi toute une série de défis en matière de diagnostic, d'analyse et d'assainissement.

La quantité et la surface des matériaux susceptibles de contenir de l'amiante ont considérablement augmenté dans les bâtiments construits entre les années 1950 et 1980. Il ne s'agit pas ici seulement de quelques composants ou de matériaux clairement identifiables, mais presque de l'ensemble des surfaces intérieures et extérieures des bâtiments qui sont susceptibles de contenir de l'amiante.

Les crépis contiennent eux-mêmes plusieurs couches, parfois complexes et très souvent recouvertes de plusieurs couches de peinture. Ils sont un parfait exemple de matrice complexe pour l'analyse (pigments qui perturbent la microscopie optique, amphiboles non asbestiformes dans les adjuvants, faible teneur en amiante, etc.).

### **1.2 Faibles teneurs en amiante**

Les mesures effectuées aux postes de travail par la Suva lors de l'enlèvement de crépis intérieurs et extérieurs amiantés ont en partie fait état de niveaux d'exposition très élevés dans l'air (de plusieurs centaines de milliers à plus d'un million de fibres/m<sup>3</sup>) malgré une faible teneur en amiante dans le matériau (le plus souvent < 1 %).

Des observations similaires ont également été faites lors de l'assainissement de colles de carrelage et d'autres matériaux présentant une faible teneur en amiante.

Il est par conséquent primordial pour protéger la santé des travailleurs et des habitants que de telles faibles teneurs en amiante (jusque dans la plage d'env. 0,01 % en masse) puissent être identifiées avec fiabilité par les laboratoires d'analyse.

Le FACH<sup>1)</sup> a de ce fait demandé dès 2011 par courrier adressé à l'ensemble des laboratoires répertoriés de préparer les matériaux particulièrement «complexes» présentant souvent une faible teneur en amiante à l'aide de méthodes appropriées afin d'augmenter la fiabilité de détection (voir Annexe 1).

Sur la base des expériences réalisées avec du crépi, la Suva a de nouveau pris contact par e-mail, à l'automne 2017, avec les laboratoires pour leur fournir des indications quant au traitement de ces échantillons (Annexe 2). Une détection «jusque dans la plage < 0,01 % en masse» y était exigée. Plusieurs laboratoires se sont alors adressés à la Suva pour lui indiquer qu'une telle limite de détection était difficile à atteindre et encore plus difficile à valider.

---

<sup>1</sup> Plateforme des autorités en charge des questions liées à l'amiante, le Forum Amiante Suisse gère notamment une liste des laboratoires d'analyse.

### **1.3 Limite de détection**

Comme le montre un récent essai interlaboratoires de l'Association des professionnels des polluants des bâtiments<sup>2)</sup> et un nouvel essai interlaboratoires international (LACS, Low Asbestos Content Scheme de Health and Safety Laboratories, Royaume-Uni), il est en effet difficile d'obtenir une quantification fiable ou une simple estimation sûre à ce très bas niveau.

Étant donné la concentration imprévisible due à la préparation et le volume d'échantillon qui ne peut, la plupart du temps, pas être dosé précisément, il est impossible de déterminer une limite de détection universelle pour la procédure d'analyse. Toutefois, avec recours à des «fibres standard», il est tout à fait possible de calculer et d'atteindre une limite inférieure de détection pour chaque échantillon concret.

À défaut d'échantillons réels certifiés, il est possible d'utiliser des matériaux de référence de synthèse avec une faible teneur en amiante afin de vérifier les performances des méthodes utilisées. En procédant de la sorte, il est possible de démontrer qu'au moins la détection qualitative est également obtenue dans cette plage de concentration faible malgré toutes les incertitudes liées à l'évaluation de la teneur (Annexe 3).

Une limite de détection de 0,008 % est indiquée pour le processus conformément au document 7487 de l'IFA<sup>3)</sup> et à la directive VDI 3866, feuille 5, Annexe B<sup>4)</sup>. On se base pour cela sur une détection à 100 % des fibres et on table sur des «fibres de référence» de dimensions définies. Le document mentionné ci-dessus <sup>4)</sup> présente une détermination détaillée de la limite inférieure de détection.

### **1.4 Méthodologie de la Suva**

Sur demande des laboratoires intéressés, le présent document décrit la méthodologie de la Suva qui se base sur la microscopie optique à lumière polarisée (MOLP) et la microscopie électronique à balayage combinée à l'analyse en dispersion d'énergie à rayons X (MEB-EDS). Grâce à des années d'expérience (vérifiées à l'aide des matériaux de référence susmentionnés), il a été possible de déduire qu'au moins la détection qualitative de l'amiante est effectuée de manière fiable même pour de très faibles teneurs dans le cas d'échantillons pertinents en pratique. La procédure MEB-EDS de la Suva permet d'atteindre des limites de détection basses sur des porte-échantillons standard plutôt que sur des filtres, tel que cela est décrit dans les documents <sup>3)</sup> et <sup>4)</sup>.

Le document décrit les valeurs de référence des procédures de préparation et d'analyse. Il ne s'agit ni d'une procédure opérationnelle standard, ni de prescriptions relatives à l'analyse. D'autres procédures (tels que celle décrite dans le document <sup>3)</sup> ou des méthodes internes aux laboratoires) peuvent également s'avérer appropriées.

---

<sup>2)</sup> FAGES/APPB FR17 – Asbesthaltige Putze, rapport 20 / 289 W. Studer, Wetzikon, 2018

<sup>3)</sup> Verfahren zur analytischen Bestimmung geringer Massengehalte von Asbestfasern in Pulvern, Pudern und Stäuben mit REM/EDX. Institut für Arbeitsschutz (IFA), St. Augustin (Allemagne). IFA-Arbeitsmappe 18. Lfg. IV/97

<sup>4)</sup> Bestimmung von Asbest in technischen Produkten - Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren. VDI 3866 Blatt 5. Verein Deutscher Ingenieure (VDI). Beuth Verlag, Berlin, 2017

## **2. Prélèvement des échantillons**

### **2.1 Représentativité**

Les documents <sup>5)</sup> et <sup>6)</sup> présentent des suggestions concernant le nombre d'échantillons nécessaires en fonction du type et de la surface du matériau suspecté de contenir de l'amiante ou en fonction du nombre de pièces concernées. L'Association suisse des consultants amiante (ASCA) et l'Association des professionnels des polluants des bâtiments (APPB) émettent également des recommandations dans un document de prise de position <sup>7)</sup>.

Dans la pratique, les propositions des documents <sup>5)</sup> et <sup>6)</sup> ont rarement été mises en œuvre. Il est d'autant plus important de réaliser une analyse méticuleuse des échantillons prélevés.

### **2.2 Echantillons composites** (voir à ce sujet en particulier les recommandations du document ASCA/APPB <sup>7)</sup>)

Il est déconseillé de faire des mélanges de plusieurs matériaux (p. ex. crépis muraux, de plafond, intérieurs/extérieurs) en raison de la détérioration de la limite de détection.

Il faut également faire preuve d'une grande prudence même avec les échantillons mixtes provenant de différentes surfaces d'apparence similaires (p. ex. échantillons provenant de différentes pièces d'un bâtiment).

En revanche, il est préconisé de réaliser des prélèvements à plusieurs endroits d'un matériau à analyser afin de compenser les éventuelles inhomogénéités.

### **2.3 Échantillon**

On appliquera les mesures de précaution courantes pour le prélèvement.

De manière générale, il faut veiller à ce qu'un échantillon contienne aussi peu de «matériau environnant» exempt d'amiante que possible, et suffisamment de matériau suspecté de contenir de l'amiante. Lorsque l'échantillon contient beaucoup de matériau environnant, il incombe au laboratoire de préparer uniquement (dans la mesure du possible) les couches suspectes afin d'éviter une dilution inutile de l'échantillon.

Si l'échantillon présente une quantité de matériau trop faible pour effectuer une analyse fiable, il est demandé dans l'idéal d'en exiger une quantité suffisante. On émettra au minimum des réserves dans le rapport d'analyse en cas de résultat négatif pour de tels échantillons.

Dans le cas de matériaux multicouches (certains revêtements de sol, crépis et, en partie, certaines colles de carrelage (= tous les matériaux se trouvant entre la structure porteuse et le carreau en céramique)), il est primordial d'analyser toutes les couches susceptibles de contenir de l'amiante. On pourra procéder à cet effet à des préparations séparées. Toutefois, on réalise généralement un échantillon commun qui contient une quantité à peu près équivalente des matériaux de chacune des couches. Cela permet d'éviter une dilution inutile de l'amiante s'il s'avère précisément que seulement la couche la plus fine contient de l'amiante.

---

<sup>5)</sup> Asbesthaltige Putze, Spachtelmassen und Fliesenkleber in Gebäuden. Diskussionspapier zu Erkundung, Bewertung und Sanierung. Verein Deutscher Ingenieure (VDI), juin 2015

<sup>6)</sup> Cahier des charges à l'attention du donneur d'ordre et de l'expert en diagnostic amiante, version 1.4, Service cantonal de toxicologie de l'environnement bâti (STEB) du Canton de Genève

<sup>7)</sup> Mastics, crépis et colles pour carrelage contenant de l'amiante (MCC) – Bonne pratique pour l'identification, l'évaluation et l'assainissement. ASCA/APPB, version du 10.7.2018

*Les recommandations qui suivent sont valables en particulier pour les crépis, mais elles peuvent également s'appliquer par analogie à d'autres matériaux:*

Dans la mesure du possible, on prélèvera un morceau intact de crépis à partir duquel il est possible de discerner l'ensemble de la structure. L'échantillon doit être en quantité suffisante pour que les fines couches, après préparation (la réduction de l'échantillon peut souvent aller de 50 à 95 %), présentent suffisamment de matériau pour l'analyse initiale, une éventuelle analyse ultérieure et la conservation d'un échantillon témoin. Un morceau devrait contenir toutes les couches de crépis et mesurer environ 3 x 3 cm (soit l'équivalent d'une pièce de deux francs). Il est également possible de prélever des fragments de plus petite taille si l'on dispose de plusieurs échantillons de la même surface.

Les échantillons de crépis sont très souvent constitués de plusieurs couches: le crépi de fond d'environ un à quelques centimètres d'épaisseur, le crépi de finition d'un à quelques millimètres et très souvent plusieurs couches de peinture. La plupart du temps, il est très difficile de séparer clairement chaque couche. Aussi, cela nécessite beaucoup de temps au niveau de la préparation et de l'analyse.

Comme indiqué ci-dessus, il est recommandé de préparer, sauf dans les cas particuliers, une quantité à peu près équivalente de crépis de fond et de crépis de finition (ou de toutes les couches considérées comme pertinentes) afin de réaliser une analyse commune.

En cas de résultat positif, il est recommandé de réaliser une analyse ultérieure de chaque couche ou au moins du crépi de fond, car il est la plupart du temps primordial de savoir si celui-ci contient également de l'amiante dans le cas de travaux d'assainissement ou d'élimination (ce qui, par expérience, ne se produit que dans des cas exceptionnels; l'amiante se trouve généralement dans l'enduit, le crépi de finition ou la peinture).

### **3. Préparation des échantillons**

Pour les laboratoires répertoriés dans la liste du FACH, la préparation des échantillons de matériaux connus pour être «complexes» est obligatoire, au moins si aucune trace d'amiante n'a été trouvée dans le matériau brut.

Il existe différents protocoles, aussi bien pour le traitement thermique que pour le traitement à l'acide. La procédure qui suit a fait ses preuves à la Suva.

#### **3.1 Examen visuel**

Les échantillons reçus sont observés à l'œil nu et au microscope stéréoscopique. À ce stade, il est éventuellement possible d'identifier des fibres au niveau de la cassure. Ces fibres peuvent alors être extraites à l'aide d'une pincette et préparées sur un porte-échantillon.

La structure du crépi est évaluée pour déterminer si la préparation décrite ci-dessous peut être utilisée ou si une autre procédure se prête davantage à la situation.

#### **3.2 Homogénéisation, traitement thermique et à l'acide**

Très souvent, il est recommandé de soumettre les morceaux intacts de l'échantillon à un traitement thermique au four (de 4 à 12 h à 450 °C). Le matériau devient cassant, les liants et fibres organiques sont éliminés et il est plus facilement possible de différencier les couches et, le cas échéant, de les séparer. Après le traitement thermique, l'échantillon peut à nouveau être observé au microscope stéréoscopique.

À l'aide d'un outil adapté, l'échantillon multicouches est transformé en une poudre grossière, puis en une fine poudre par broyage et qui contient les différentes couches suspectées de contenir de l'amiante (p. ex. crépis de fond et de finition) en proportions équivalentes.

Cet échantillon est alors traité à l'acide. La procédure suivante a fait ses preuves afin de s'assurer que le plâtre éventuellement présent ne se recristallise pas:

- verser environ 1 g dans un bécher, puis ajouter environ 50 ml de HCl à 10 %
- chauffer au maximum à 50 °C (tiède) à l'aide d'un agitateur magnétique, arrêter le chauffage, puis continuer d'agiter pendant 5 à 10 min
- compléter avec du dH<sub>2</sub>O jusqu'à 100 ml et continuer d'agiter pendant 10 à 15 min

Pour réaliser l'analyse conformément à la publication 7487 de l'IFA, filtrer entre 2 et 5 ml de cette solution mère (bien mélangée!) à l'aide d'un filtre nuclépore recouvert d'or, rincer avec du dH<sub>2</sub>O, puis analyser le filtre au microscope électronique à balayage (MEB).

Pour l'analyse au microscope optique en lumière polarisée (MOLP) ou sur un porte-échantillon standard pour MEB (éprouvette en aluminium):

- filtrer la solution avec un filtre à membrane, rincer le bécher et l'entonnoir avec du dH<sub>2</sub>O
- transférer le filtre dans une boîte de Petri, puis laisser sécher dans une étuve pendant 30 à 60 min à 70 °C

### **3.3 Fixation sur le porte-échantillon**

Lors de l'observation, les faisceaux de fibres détectés et autres structures spécifiques sont préparés séparément. Cette section décrit comment préparer au mieux la poudre produite conformément au chapitre 3.2.

MOLP:

Environ la moitié des résidus est raclée du filtre, puis une nouvelle fois réduite en poudre au mortier jusqu'à l'obtention de grains d'une taille maximale de 0,1 mm. Deux préparations présentant des indices de réfraction différents sont disposées sur une lame porte-objets. Mélanger environ 1 mg de poudre dans l'huile d'immersion à l'aide d'une pincette et bien remuer de sorte à obtenir une répartition homogène. Ce mélange est recouvert d'une lamelle de 22 mm x 22 mm.

Outre l'huile d'immersion utilisé pour identifier le type d'amiante (p. ex.  $n=1,55$  pour le chrysotile), il est habituellement recommandé d'utiliser comme deuxième liquide du triacétate de glycérine avec un indice de réfraction de 1,43. Dans ce liquide d'immersion, tous les types d'amiante présentent un fort relief. Même des petites fibres d'amiante d'une longueur d'environ 10  $\mu\text{m}$  et d'une épaisseur d'environ 0,5  $\mu\text{m}$  peuvent être détectées dans ce milieu.

MEB:

Équiper le porte-échantillon en aluminium d'un disque adhésif en carbone, appuyer légèrement sur le gâteau de filtration (éventuellement plusieurs fois), bien tapoter et souffler dans la hotte d'aspiration l'excédent de poussières volatiles à l'aide d'air comprimé. Il en résulte une fine couche de poudre sur le porte-échantillon, dont le taux de recouvrement est dans l'idéal d'environ 50 % (1 à 2 mg par échantillon; pour estimer la teneur basée sur le volume ou la masse il faut déterminer le poids de la poudre sur le porte-échantillon).

## **4. Analyse**

### **4.1 Microscopie optique en lumière polarisée**

Identification:

L'identification de l'amiante est réalisée conformément aux principes des méthodes EPA/600 ou HSG 248. L'ensemble de la préparation est examiné avec un grossissement de 100 fois et 2 à 3 «lés» sont également examinés avec un grossissement de 200 ou 500 fois.

S'agissant de l'analyse purement qualitative, l'examen peut s'achever et l'échantillon peut être déclaré comme contenant de l'amiante si au moins 3 fibres d'amiante ont été clairement identifiées dans les deux préparations microscopiques.

À l'inverse, l'amiante vaut comme non détecté si aucune ou seulement une seule fibre a été identifiée lors de l'examen complet des deux préparations.

Dans les autres cas (p. ex. deux préparations avec une ou deux fibres ou une préparation contenant 4 fibres et l'autre n'en contenant qu'une ou aucune), une troisième préparation est réalisée pour prendre la décision. Si au moins une fibre est identifiée dans cette troisième préparation, l'échantillon est considéré comme contenant de l'amiante. Dans le cas contraire, il est considéré comme négatif.

Évaluation de la teneur:

En principe, lors de l'examen d'un échantillon, il est possible de réaliser une évaluation de la teneur pour chaque étape de préparation en parallèle à l'identification qui se déroule au premier plan. Il est possible de réaliser des évaluations de la teneur pour trois états du matériau, à savoir le matériau de base, les résidus du traitement thermique et les résidus solubles dans l'acide au microscope stéréoscopique et (ou) au microscope polarisant, et de combiner ces évaluations pour obtenir un résultat définitif. Dans ce cadre, la pondération des différentes observations par l'analyste joue un rôle primordial. Les estimations de la teneur au microscope stéréoscopique peuvent p. ex. fournir de meilleurs résultats que les évaluations au microscope polarisant dans certaines circonstances, car il est possible de prendre en compte des quantités bien plus importantes de l'échantillon.

Dans le cas des crépis, la teneur en amiante est généralement comprise entre quelques ppm et quelques pour-cent. En raison de la teneur élevée en carbonate et en plâtre, 50 à 95 % de la matrice sont éliminés par le traitement à l'acide, ce qui entraîne des facteurs de concentration compris entre 2 et 20. Les teneurs plus élevées peuvent être évaluées avec une plus grande précision que les faibles teneurs. L'analyse des résidus solubles dans l'acide fournit de ce fait généralement les meilleurs résultats. Lorsque des pigments provenant d'une couche de peinture sont présents, tels que les oxydes de titane, l'amiante est souvent «dissimulé» dans des agrégats opaques. Dans de tels cas, les résidus thermiques sont mieux adaptés pour évaluer la teneur.

L'évaluation de la teneur par MOLP repose sur l'évaluation visuelle de la proportion d'amiante, soit par comparaison avec la matrice, soit par comparaison avec des échantillons de référence dont la teneur en amiante est connue. Par souci de simplification, les pourcentages de masse sont directement évalués à partir des surfaces observées. Étant donné que les composants des matériaux préparés mentionnés ci-dessus présentent généralement un caractère granuleux et une densité similaire, aucune correction en raison de disparités de volume et de densité n'est nécessaire.



Les éléments suivants peuvent être considérés comme échantillons de référence:

- matériaux de référence externes, p. ex. échantillons standards HSL, essai inter-laboratoires LACS
- matériaux de référence internes, p. ex. mélanges fabriqués en interne

Le matériau de référence à des fins de comparaison est disponible sous les formes suivantes:

- matériau de base et résidus solubles dans l'acide placés dans une boîte pour minéraux
- préparation permanente pour microscope avec baume du Canada
- documentation photographique avec grossissements de 100 et 500 fois

Réalisation de l'évaluation de la teneur en amiante:

- La préparation pour microscopie, sur laquelle environ 1 mg de poudre est répartie sur une surface de 484 mm<sup>2</sup>, est examinée dans son intégralité à un grossissement de 100 fois. Cette opération permet de détecter les fibres d'amiante pertinentes en matière de poids à partir d'environ 100 µm de longueur et (ou) présentant un diamètre ≥ 4µm.
- 2 à 3 lés doivent être étudiés à des grossissements de 200 et 500 fois afin de détecter les plus petites fibres de l'ordre de 4 - 100 µm et de diamètres 0.5 - 3.5 µm.
- L'évaluation de la teneur de la préparation est réalisée en se fondant sur les observations de l'ensemble de la surface et en tenant compte d'une zone de dispersion probable avec une valeur minimale et une valeur maximale approximatives.
- Par expérience, une zone de dispersion d'un facteur 5 entre la valeur minimale et la valeur maximale (p. ex. 2 à 10 %) peut être appliquée aux matériaux présentant une teneur > 1 % d'amiante. Pour les poudres présentant une teneur < 1 % d'amiante, une zone de dispersion d'un ordre de grandeur est plus réaliste (p. ex. 0,01 à 0,1 %).
- Afin de déterminer la teneur en amiante du matériau de base, la perte de poids se produisant lors de la préparation thermique et à l'acide doit être déterminée par gravimétrie (pesée initiale et finale du récipient pour le traitement thermique et du filtre destiné à la filtration après le traitement à l'acide). La teneur en amiante déterminée dans les résidus doit être divisée par le facteur de concentration et le résultat final est arrondi.

L'évaluation de la teneur par MOLP peut être affinée par le comptage et la mesure des fibres détectées. Cette approche est toutefois très gourmande en temps et n'est donc pas abordée plus en détail dans le présent document.

Évaluation de la limite de détection:

Même si aucun amiante n'est détecté, il est toutefois toujours possible que l'échantillon comporte jusqu'à 3 fibres selon la distribution de Poisson. La «fibre de référence» pour un grossissement de 100 fois conformément à la norme VDI <sup>8)</sup> présente un poids de 5 ng. Divisé par 1 mg de matériau, il en résulte une limite de détection de 15 ppm.

En supposant que seules des fibres fines sont présentes, qui ne peuvent être détectées qu'à partir d'un grossissement de 500 fois, il en résulte en théorie une limite de détection encore plus basse. En analysant un lé à un grossissement de 500 fois, seulement environ 1/50 de l'échantillon est étudié. Toutefois, le calcul peut être effectué avec les plus petites fibres de référence (0,02 ng): il en résulte une limite de détection de 3 ppm.

---

<sup>8)</sup> VDI 3866 feuille 5, Annexe B

Pour la limite inférieure de détection, on utilise la plus désavantageuse des deux estimations (15 ppm). Dans la mesure où, lors de la préparation de l'échantillon, une concentration significative est intervenue, la limite de détection est encore plus faible en raison du facteur de concentration.

## 4.2 Microscopie électronique à balayage

L'analyse des préparations est réalisée à 15 kV et en paramétrant les équipements de sorte à obtenir une bonne qualité d'image et à enregistrer les spectres EDS des structures de petite taille. Un revêtement (à l'or ou au carbone) n'est dans la plupart des cas pas nécessaire.

**Tableau 1:** grossissement et surfaces d'évaluation pour les analyses d'amiante dans les matériaux<sup>9)</sup>

Grossissement (à l'écran)	Nombre de champs d'image (MEB Suva)	Correspondance en mm <sup>2</sup>
100 x	6	40
200 x	12	20
1000 x	24	1,67
2000 x	100*/300	1,69* / 5,1

\* Si > 0 mais < 3 structures d'amiante sont détectées, la recherche doit être poursuivie sur 200 champs d'image supplémentaires. Si > 10 structures d'amiante sont détectées, la recherche peut être interrompue après au moins 30 champs d'image, même si l'objectif de l'analyse est d'évaluer la teneur en amiante.

Si des structures susceptibles de contenir de l'amiante sont détectées, leur morphologie est étudiée à des grossissements de 10 000 à 50 000 fois et un spectre EDS est enregistré à un emplacement approprié (si possible exempt d'autres particules). Celui-ci peut être utilisé pour l'identification à l'aide de l'outil Excel de Mattenklott<sup>10)</sup> ou être comparé avec les spectres de référence des différents types d'amiante.

Lors des **analyses** exclusivement **qualitatives**, l'examen peut être interrompu après la découverte d'au moins 3 structures d'amiante incontestables et non voisines les unes des autres. Si moins de 3 structures d'amiante ont été détectées pour l'ensemble des champs d'image, la présence d'amiante n'est pas démontrée. Ceci permet d'éviter que des matériaux soient catégorisés comme contenant de l'amiante en raison de la découverte fortuite de contaminations mineures.

Afin **d'évaluer la teneur**, le rapport de l'amiante par rapport au reste de la poussière est directement évalué en % sur plusieurs champs d'image à des grossissements de 100 à 1000 fois. Autre possibilité (méthode plus fastidieuse): le remplissage général et la surface de toutes les fibres et faisceaux de fibres détectés est mesurée à des grossissements de 100 et 1000 fois sur au moins 3 champs d'image. Si moins de 10 fibres sont détectées, la recherche est poursuivie (jusqu'à 10). Par la suite, la teneur est calculée à partir de la surface totale des structures d'amiante dé-

<sup>9)</sup> Source: Directive VDI 3866 feuille 5, Annexe B. Différence: analyse sur des porte-échantillons standard au MEB, non sur des filtres nuclépore

<sup>10)</sup> *Mattenklott, M.:* Identifizierung von Asbestfasern in Stäuben, Pulvern und Pudern mineralischer Rohstoffe. Teil 1: Grundlagen, Kriterienkatalog. Gefahrstoffe – Reinhalt. Luft 58 (1998) No 1/2, p. 15-22

tectées, divisée par la surface recouverte de poudre de la zone étudiée et divisée par le facteur de concentration de la préparation.

Évaluation de la limite de détection:

Le porte-échantillon mesure 110 mm<sup>2</sup> au total et est rempli d'environ 1 mg de poudre. À un grossissement de 100 fois, une surface de 40 mm<sup>2</sup> (0,36 mg de matériau) est analysée. Avec 3 grandes fibres de référence (distribution de Poisson) de 5 ng, il en résulte une limite inférieure de détection de 40 ppm.

À des grossissements de 1000 à 2000 fois, une surface d'environ 1,67 mm<sup>2</sup> (2 x 15 µg de matériau) est analysée. En raison du remplissage important (environ 50 %), on estime qu'une fibre fine sur deux est dissimulée ou n'est pas détectée lors de l'analyse. Avec 6 fibres fines de référence (0,02 ng), il en résulte une limite inférieure de détection de 4 ppm.

Dans ce cas également, la méthode employant la plus désavantageuse des deux estimations mentionnées ci-dessus (40 ppm) est utilisée pour la limite inférieure de détection.

Dans la mesure où, lors de la préparation de l'échantillon, une concentration significative est intervenue, la limite de détection est encore plus faible en raison du facteur de concentration.

## **5. Rapports**

Si l'échantillon n'a pas répondu aux exigences d'une analyse conventionnelle (p. ex. matériau en quantité insuffisante, origine incertaine, matériau déjà mélangé présentant probablement une proportion élevée de matériaux étrangers, etc.), mais qu'il a tout de même été analysé, il faut le signaler en conséquence dans le rapport d'analyse ou dans toute communication des résultats.

Il faut également l'indiquer lorsqu'il s'agit d'un échantillon composite comportant divers matériaux. En cas de résultat positif, aucune conclusion n'est admise pour les matériaux individuels. En cas de résultat négatif, la limite de détection est détériorée proportionnellement au rapport entre l'intégralité de l'échantillon et le matériau représentant la plus petite proportion de l'échantillon.

Si le rapport d'analyse contient non seulement le résultat qualitatif (contient de l'amiante ou pas d'amiante détectée), mais aussi une indication de la teneur, cette indication doit concerner le matériau de base. Il convient également d'indiquer qu'il n'existe aucune limite inférieure de teneur en amiante pour les matériaux en Suisse, car des matériaux présentant de très faibles teneurs en amiante peuvent libérer un grand nombre de fibres lors de leur traitement.

Si le processus décrit ci-dessus est respecté et que la présence d'amiante n'est pas démontrée, on peut se baser sur une limite de détection de l'ordre de 0,01 % en masse. L'indication «ne contient pas d'amiante (< 0,01 %)» est donc légitime.

Si seulement de petites structures d'amiante sont trouvées en très faible quantité, le résultat de l'évaluation de la teneur peut également indiquer une concentration < 0,01 %. Ceci doit être clairement différencié du résultat négatif mentionné ci-dessus («contient de l'amiante, teneur < 0,01 %»).



Forum Amiante Suisse  
Postfach  
6002 Lucerne

Fournisseur de prestations d'analyse  
d'amiante  
(adresse du laboratoire)

Votre réf.

Document

Votre interlocuteur

Date

wor

Robert Wolf  
Tél.: 041 419 57 23  
Fax: 041 419 57 57  
robert.wolf@suva.ch

7.10.2011

## **Nouvelles exigences pour l'analyse d'échantillons de matériaux pouvant contenir de l'amiante**

Madame, Monsieur,

Ces derniers temps, nous avons constaté dans certains cas que les échantillons de matériaux pouvant contenir de l'amiante étaient analysés différemment dans les laboratoires et que les résultats étaient parfois variables pour un même matériau.

De nombreux matériaux peuvent contenir de l'amiante en faibles concentrations (< 1 %), comme le mastic pour fenêtres, les isolations de tuyaux, les revêtements en béton de bois ou le mortier-colle et le mortier-joint pour plaques en céramique. Les fibres peuvent également être réparties de manière très variable dans le matériau.

Parfois, certains laboratoires ne trouvent pas d'amiante dans des échantillons, alors que d'autres en détectent lors de l'analyse du même matériau. Des problèmes se posent en particulier lorsque, pour des produits avec une faible teneur en amiante et (ou) une répartition irrégulière des fibres, le matériau n'est pas soumis avant l'examen à un traitement acide ou thermique (voir détails ci-dessous). Sans enlèvement préalable de la matrice, des fibres d'amiante peuvent dans certains cas ne pas être identifiées, ce qui peut donner lieu à de faux résultats négatifs.

Des mesures de l'air ont montré qu'une quantité importante de fibres pouvait être libérée lors du traitement même avec une faible teneur en amiante du matériau; or il est nécessaire que des concentrations relativement faibles puissent également être détectées avec fiabilité. Les isolations de tuyaux, les sols en béton de bois ou le mortier-colle et le mortier-joint constituent des exemples de matériaux critiques. Si, pratiquée sans traitement préalable de l'échantillon, l'analyse ne met pas en évidence d'amiante, elle n'en est pas pour autant conclusive. Dans de tels cas, le matériau doit impérativement être soumis à une préparation et à une autre analyse.

Plusieurs procédures permettent de préparer les échantillons, par exemple celles décrites dans les deux méthodes suivantes:

- EPA 600/R-93/116, 1993 „Method for the determination of asbestos in bulk building materials“
- HSG 248/Appendix 2 (auparavant MDHS 77) „Asbestos in Bulk Materials - Sampling and Identification by Polarised Light Microscopy (PLM)“

À l'avenir, le site du FACH présentera uniquement les laboratoires qui garantissent l'absence d'amiante dans un matériau grâce à une préparation correspondante de l'échantillon. Il s'agit en particulier des matériaux dont l'expérience a montré qu'ils contenaient peu d'amiante, mais pouvaient libérer une quantité importante de fibres. Une information à ce sujet figure sur le site du FACH.

Nous vous saurions gré de nous indiquer d'ici au 15.11.2011 si vous pratiquez vos analyses selon cette méthodologie (interlocuteur: Robert Wolf, tél 041 419 57 23). À cette date, le FACH adaptera la liste des laboratoires en fonction des réponses reçues et mettra en ligne l'indication mentionnée.

En nous tenant à votre entière disposition pour tout renseignement complémentaire, nous vous prions d'agréer, Madame, Monsieur, nos salutations distinguées.

FACH  
Forum Amiante Suisse



Martin Gschwind

Version française:

Madame, Monsieur,

Les crépis et les mastics amiantés sont en ligne de mire depuis un certain temps. Nous souhaitons vous remémorer quelques points importants à ce sujet pour l'analyse.

- Les teneurs en amiante sont généralement faibles et souvent bien < 1 % (voir F. Pfister et co-auteurs, revue Umwelttechnik Schweiz (uniquement en allemand), [http://www.jaeckli.ch/fileadmin/pdf/Publikationen/Umwelttechnik\\_Schweiz\\_Asbest\\_in\\_Putzen.pdf](http://www.jaeckli.ch/fileadmin/pdf/Publikationen/Umwelttechnik_Schweiz_Asbest_in_Putzen.pdf)).
- Malgré une faible teneur en amiante, le piquage et le ponçage de ces crépis peuvent impliquer une exposition élevée (plusieurs centaines de milliers de fibres par mètre cube). Une analyse approfondie des matériaux jusque dans la plage < 0,01 % en masse s'avère donc impérative.
- L'amiante (souvent chrysotile, parfois anthophyllite) est généralement présent dans le crépi de finition ou la peinture, mais rarement dans le crépi de fond.
- Le taux d'échantillons négatifs est relativement élevé (env. 90 %, selon Pfister et al.). En règle générale, l'analyse d'un échantillon composite suffit, en veillant toutefois à ne pas prendre une trop grande quantité de crépi de fond pour éviter une dilution indésirée.
- Pour les échantillons dans lesquels de l'amiante est détecté, il est normalement indispensable pour le bon planning du désamiantage et de la gestion des déchets de savoir dans quelle couche du matériel il se trouve. Pour les échantillons composites «positifs», nous recommandons fortement de ré-analyser séparément au moins le crépi de fond, en concertation avec le commanditaire.
- Le conditionnement des échantillons est indiqué. Le traitement thermique rend l'échantillon plus cassant et élimine des éventuels liants organiques. Le traitement à l'acide est particulièrement important: il permet de concentrer au moins 10 fois plus les enduits à la chaux et au plâtre.
- Pour le reste, les règles et mesures de précaution applicables sont les mêmes que pour les autres échantillons de matériaux.
- Les règles à suivre pour réaliser un prélèvement représentatif de crépi sont difficiles à formuler. L'Association des ingénieurs allemands (VDI, Verein Deutscher Ingenieure) procède actuellement à la révision d'une directive à ce sujet (3866, partie 1). Elle concerne toutefois non pas tant les laboratoires, mais plutôt les diagnostiqueurs.
- Il est à noter dans ce cadre que la VDI a remanié la directive 3866, partie 5 (Analyse des matériaux au microscope électronique à balayage) et l'a mise en vigueur en juin 2017. Les informations relatives à la préparation des échantillons et à l'analyse des teneurs moindres en amiante y ont été complétées.

Nous vous remercions de prendre bonne note de ce qui précède. Une analyse effectuée correctement est essentielle pour garantir la protection de la santé au travail.

Patrick Steinle | Suppléant du chef de secteur et chef du team fibres/nano/biologie  
Suva | Secteur analytique | Rösslimattstrasse 39 | CH-6002 Lucerne  
+41 41 419 53 68

Aucun échantillon réel n'est disponible pour la validation des processus de détermination des faibles teneurs en amiante dans des matrices complexes. À défaut, il est recommandé de valider les performances de ces méthodes à l'aide de matériaux de référence de synthèse, qui sont notamment disponibles auprès du laboratoire HSL (Royaume-Uni), de Microanalitica (Italie) et de l'APPB (Suisse). Le résultat exact du point de vue qualitatif est considéré comme pertinent, et non pas les scores Z tels qu'ils sont indiqués dans l'essai interlaboratoires LACS. À titre d'exemple, le tableau 2 indique les résultats de la Suva pour les échantillons correspondants.

**Tableau 2:** résultats qualitatifs (+/-: contient de l'amiante ou pas de trace d'amiante détectée) et estimations pour différents matériaux de référence présentant une faible teneur en amiante. Les analyses ont été réalisées à l'aveugle. La plupart des échantillons «HSL» et «APPB» ont été analysés par deux ou trois analystes indépendants par MEB. Indiqués sont leurs résultats individuels.

Source	Désignation	Matériau	Type d'amiante	Teneur (‰)	Résultats de la Suva, secteur analytique					
					MOLP (qual.)	MEB-EDS (qual.)	MOLP (‰)	MEB-EDS (‰)		
Health and Safety Laboratories (HSL) (Royaume-Uni)	HSL 042 AIMS Quality Control samples	Ciment	Amosite	1	+	+	0,69	0,21	1,60	
				0,5	+	+	0,31	0,10	1,1	
				0,1	+	+	0,13	0,05	0,13	
			Chrysotile	1	+	+	0,28	0,36	6,6	
				0,5	+	+	0,11	0,55	4,4	
				0,1	+	+	0,01	0,04	1,30	
	LACS Low Asbestos Content Scheme	1) Mortier 2) Talc 3) Marbre 4) Ciment 5) Mortier	Anthophyllite - (Wollastonite) Amosite Amosite Amosite	0,5	inconnu	+		0,1		
				0	-	-	0	0		
				0,7	+	+		6,0		
				0,9	+	+	0,3	2,5		
0,9				+	+	1,9	2,4			
Microanalitica (I)	Soil 01	Sol, tamisé	Chrysotile	3,1	inconnu	+		3,0		
	Soil 05	Ballast de chemin de fer	Chrysotile	3,6	inconnu	+		0,3		
	Asbestos 01	Mastic de fenêtre		0	-	-	0	0		
Association des professionnels des polluants des bâtiments (APPB), groupe analytique	Essai interlaboratoires FR17 – crépi amianté	Enduit à la chaux sur plaques Fermacell	Chrysotile	0	-	-	0	0		
					inconnu	-	inconnu	0		
					inconnu	-	inconnu	0		
				0,02	+	+	0,0001	0,008		
					+	+	0,0001	0,005		
					inconnu	+	inconnu	0,003	0,01	0,01
				0,08	+	+	0,001	0,02	0,03	0,08
					+	+	0,001	0,05	0,11	0,18
					+	+	0,002	0,04	0,06	0,11
				0,5	+	+	0,1	0,08	0,13	0,17
					+	+	0,5	0,49	0,50	0,53
					inconnu	+	inconnu	0,21	0,28	0,75
				2,0	+	+	1,2	0,38	1,0	2,0
					+	+	0,6	0,62	0,75	2,5
					inconnu	+	inconnu	1,20	1,2	2,9