

GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION

Recherche d'amiante dans les échantillons massifs

LAB GTA 44
Révision 00



SOMMAIRE

1. OBJET DU DOCUMENT	3
2. REFERENCES ET DEFINITIONS	4
2.1. Références	4
2.2. Définitions	5
2.3. Sigles et abréviations	5
3. DOMAINE D'APPLICATION	6
4. MODALITES D'APPLICATION	6
5. SYNTHESE DES MODIFICATIONS	6
6. NOMENCLATURE DES ESSAIS ET EXPRESSIONS DES PORTEES D'ACCREDITATION	7
7. GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS	7
7.1. Revue des demandes, appels d'offres et contrats	7
7.2. Personnel	8
7.3. Installations et conditions ambiantes	10
7.4. Manutention des objets d'essai	10
7.5. Méthode d'essai	11
7.6. Equipement	14
7.7. Traçabilité du mesurage	15
7.8. Assurer la qualité des résultats d'essai	16
7.9. Rapports sur les résultats	16
8. PRECISIONS COMPLEMENTAIRES	19
8.1. Instructions des demandes d'accréditation initiale et d'extension	19
8.2. Pratiques d'évaluation sur site	19

1. OBJET DU DOCUMENT

La norme NF EN ISO/CEI 17025 définit les exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages, d'essais et d'analyses.

En ligne avec l'annexe B de la norme NF EN ISO/CEI 17025, le présent Guide Technique d'Accréditation (GTA) fournit des explications des exigences de la norme, et présente des recommandations et des bonnes pratiques de la profession, dans le domaine de la recherche d'amiante dans les échantillons massifs.

Ce document porte sur la description et la préparation d'échantillons en vue de la détection et l'identification d'amiante dans les différentes matrices solides, à l'exception des poussières prélevées sur lingettes, adhésif, autres supports, ou contenues dans les liquides, les mousses ou les gels, etc...

La recherche d'amiante dans les échantillons massifs peut s'inscrire dans le cadre de la réglementation française, notamment du Code de la Santé Publique et du Code du Travail.

Enfin, il contient des informations utiles aux laboratoires dans le cadre de leur démarche d'accréditation, notamment celles relatives à l'expression de la portée d'accréditation et à l'évaluation des laboratoires par le Cofrac.

Ce guide ne se substitue pas aux exigences et/ou aux normes applicables au sein du laboratoire. Les recommandations qu'il contient et que le laboratoire est libre d'appliquer sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document LAB REF 02. Dans tous les cas, il appartient au laboratoire de démontrer que les dispositions qu'il prend permettent de satisfaire pleinement les exigences de la norme citée supra.

2. REFERENCES ET DEFINITIONS

La liste des documents ci-dessous constitue une base non exhaustive de données. Il appartient au laboratoire d'assurer la veille documentaire (normative et réglementaire).

2.1. Références

Le présent texte fait référence aux documents en vigueur suivants :

- **Directive Européenne n° 2009/148/CE** concernant la protection des travailleurs contre les risques liés à une exposition à l'amiante pendant le travail
- **Décret du 04/05/2012** relatif aux risques d'exposition à l'amiante
- **Arrêté du 06/03/2003** relatif aux compétences des organismes procédant à l'identification d'amiante dans les matériaux et produits
- **NF EN ISO/CEI 17025 : 2005** « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais »,
- **LAB REF 02** « Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 »,
- **LAB REF 05** « Règlement d'accréditation »,
- **LAB REF 08** « Expression et évaluation des portées d'accréditation »,
- **NF X43-050** « Détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission »,
- **NF X46-020** « Repérage amiante - Repérage des matériaux et produits contenant de l'amiante dans les immeubles bâtis - Mission et méthodologie »
- **Guide HSG 248** «Asbestos: The analyst's guide for sampling, analysis and clearance procedures » - appendice 2,
- **ISO 14966** «Détermination de la concentration en nombre des particules inorganiques fibreuses- Méthode par microscopie électronique à balayage»,
- **NF ISO 22262-1** « 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** « Qualité de l'air - Matériaux solides - Partie 2: Dosage quantitatif de l'amiante en utilisant les méthodes gravimétrique et microscopique »,
- **ISO 10312** « Air ambiant. Détermination des fibres d'amiante. Méthode de microscopie électronique à transmission directe »,
- **IMA (Association Internationale de Minéralogie)**. Principes pétrographiques et de classification minéralogique (cf. liste des publications pertinentes disponibles sur www.ima-mineralogy.org)

- **Rapport de l'INSERM de 1995** « compositions chimiques typiques des amphiboles d'après Kirk-Othmer » (Donné à titre d'information concernant les fibres d'amiante dans les échantillons de typologie du bâtiment).
- **VDI 3866 – Part 5** Determination of asbestos in technical products - Scanning electron microscopy method

2.2. Définitions

Pour les besoins de ce guide, des définitions ont été élaborées par plusieurs experts du domaine pour les notions ci-dessous.

Echantillon massif : Matériau ou produit dont la composition a intégré intentionnellement ou non de l'amiante pendant certaines périodes de sa fabrication, ou bien matériau naturel susceptible de contenir de l'amiante.

Nota : Les résidus issus d'un grattage d'un échantillon massif pour le prélever ne sont pas considérés comme des poussières.

Poussières : Particules très fines qui se détachent de matériaux divers sous l'effet d'une action mécanique non volontaire.

Couche fibreuse : couche d'un échantillon massif présentant des fibres libres visibles à l'œil nu ou à la loupe binoculaire.

2.3. Sigles et abréviations

- **AIMS** : Asbestos In Materials Scheme
- **LACS** : Low Asbestos Content Scheme
- **EDXA** : Energy Dispersive X Ray Analysis
- **HSL** : Health and Safety Laboratory
- **MAC** : Microanalyses Consultants
- **MEBA** : Microscopie Electronique à Balayage équipée d'un analyseur en dispersion d'énergie des rayons X
- **META** : Microscopie Electronique à Transmission équipée d'un analyseur en dispersion d'énergie des rayons X
- **MOLP** : Microscopie Optique en Lumière Polarisée
- **NIST** : National Institute of Standards and Technology
- **MPSCA** : Matériaux ou Produits Susceptibles de Contenir de l'Amiante
- **IOM** : Institution of Occupational Medicine

3. DOMAINE D'APPLICATION

Ce guide technique d'accréditation s'adresse aux :

- Laboratoires d'essais accrédités ou candidats à l'accréditation selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour le domaine cité en objet ;
- Evalueurs du Cofrac, pour lesquels il constitue une base d'harmonisation pour l'évaluation ;
- Membres des instances du Cofrac (Comité de Section Laboratoires, Commission d'Accréditation concernée par le domaine technique) ;
- Membres de la structure permanente du Cofrac ;
- Clients des laboratoires d'essais accrédités sur ce domaine ;
- Instances officielles concernées par ce domaine.

Au jour d'écriture de ce guide, les types d'amiante visés par la réglementation française sont : chrysotile, amosite, crocidolite, actinolite amiante, anthophyllite amiante et trémolite amiante.

Sont exclus du périmètre de ce guide, les autres minéraux possédant un faciès asbestiforme (exemples : richtérite, winchite, édénite, érionite, etc...).

Pour mémoire : l'accréditation demandée pour l'identification d'amiante dans les échantillons massifs porte de manière indissociable sur les étapes de préparation et d'analyse.

4. MODALITES D'APPLICATION

Le présent document est applicable à compter du **1^{er} avril 2018**.

Ce document contient des recommandations.

Le terme « devrait » est utilisé pour exprimer une recommandation. Les recommandations relèvent de bonnes pratiques visant à satisfaire les exigences. L'organisme est libre de ne pas suivre la recommandation, s'il peut démontrer que les dispositions alternatives qu'il met en œuvre satisfont l'exigence d'accréditation correspondante.

Pour les prestations déjà accréditées ayant fait l'objet d'une validation, il appartient au laboratoire de réévaluer selon un planning réaliste l'ensemble des spécificités (Association amiante / matrice / préparation / analyse). Cette réévaluation comprendra, notamment, la vérification de la limite de détection. Elle pourra s'appuyer sur les données existantes du laboratoire ou des EIL (LACS et AIMS). Ce point fera l'objet d'un examen approfondi lors des premières évaluations suite à la parution de ce guide.

5. SYNTHESE DES MODIFICATIONS

Il s'agit de la première version du document. Il porte donc l'indice de révision 00 et aucune marque de modification n'est indiquée.

Ce document annule et remplace le programme 144 (essais concernant la recherche d'amiante dans les matériaux et dans l'air) pour la partie essais concernant la recherche d'amiante dans les matériaux.

6. NOMENCLATURE DES ESSAIS ET EXPRESSIONS DES PORTEES D'ACCREDITATION

La portée d'accréditation demandée est définie par le laboratoire, en renseignant un tableau descriptif de la portée souhaitée, à partir de la nomenclature des essais définie dans le document LAB INF 44, suivant les principes du document LAB REF 08, comprenant les quatre éléments suivants :

1. Objet ;
2. Caractéristique mesurée ou recherchée ;
3. Principe de la méthode ;
4. Référence de la méthode.

Le laboratoire désirant une accréditation sur tout autre essai non répertorié dans le document LAB INF 44 et portant sur la détection, la description et l'identification d'amiante dans les différentes matrices solides, prendra contact avec le Cofrac.

En effet, des essais non présentés dans cette nomenclature, mais pour lesquels les principes techniques et les compétences mises en œuvre peuvent être considérés comme de même nature, pourront faire l'objet d'une accréditation.

7. GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS

7.1. Revue des demandes, appels d'offres et contrats

NF EN ISO/CEI 17025 chap. 4.4
LAB REF 02 § 9.5

Les références et principes généraux des méthodes d'analyse doivent être clairement définis dans l'offre ou le contrat, et le client informé de leurs limites (limite de détection par type de technique, critères dimensionnels et d'identification* des fibres observables, ...).

Si la prestation entre dans le champ de la réglementation, la demande doit y faire explicitement référence. Le contrat doit spécifier les modalités de prise en charge des matériaux multicouches (quantité, identification des couches, conditionnement, nombre d'analyse(s),...).

* Pour le MEBA, il sera indiqué que les fibres ne peuvent être identifiées mais seulement classifiées.

Le laboratoire s'assure :

- qu'il a la capacité en ressources physiques, en personnel et en informations nécessaires ;
- que son personnel a les compétences et l'expertise requises pour exécuter les essais en question ;
- que la demande précise le nombre et le type(s) d'éléments et de couche(s) constituant l'échantillon dont celui/ceux à analyser ;
- que chaque couche de l'échantillon, dont l'analyse est demandée par le client, soit fournie en quantité suffisante pour permettre une description macroscopique, une analyse et une contre-analyse.

Le laboratoire prend en compte toute information fournie par ses clients concernant d'éventuelles conditions particulières, pouvant influencer le choix des méthodes.

Dans le cadre réglementaire, le laboratoire proposera au client la/les méthode(s) d'analyse préconisée(s) par la réglementation en vigueur. Dans les autres cas, si le laboratoire juge que la méthode d'analyse demandée par le client est inappropriée, il en informera ce dernier qui pourra, le cas échéant, modifier sa demande.

7.2. Personnel

NF EN ISO/CEI 17025 chap. 5.2
LAB REF 02 § 9.1

Une distinction est à faire entre l'acquisition théorique des connaissances et l'aspect pratique, les connaissances théoriques pouvant s'acquérir lors de la formation initiale ou au cours de stages par exemple, alors que la mise en pratique relève plus du compagnonnage.

Il appartient au laboratoire de disposer :

- d'une procédure décrivant le mode de qualification ;
- de critères de qualification, par exemple : connaissance et mise en œuvre des méthodes, utilisation des équipements, connaissance de la réglementation, etc... ;
- de critères de maintien de la qualification, par exemple à travers l'utilisation de matériaux de référence et des essais d'intercomparaison.

Il est recommandé que l'analyste puisse s'appuyer sur une personne « référent », possédant des connaissances en minéralogie, et notamment dans le cas des analyses portant sur des objets autres que les matériaux du bâti.

En évaluation, les compétences des analystes peuvent être appréciées notamment au travers des enregistrements et de la réalisation d'une partie de l'essai.

Remarque :

Il n'est pas imposé de qualifier une personne pour l'ensemble d'une méthode ; la qualification peut se faire pour une ou certaines étapes d'une méthode.

Les résultats de comparaisons inter laboratoires ne peuvent, à eux seuls, servir à qualifier une personne.

➤ Compétences techniques générales

Le laboratoire dispose du personnel capable de :

- connaître les propriétés physique et chimique de l'amianté ;
- connaître et décrire les principaux matériaux ou produits susceptibles de contenir de l'amianté en vue de déterminer les couches les constituants ;
- connaître et décrire les familles de matériaux afin d'adapter et optimiser la préparation ;
- rechercher macroscopiquement et microscopiquement, et isoler les fibres se trouvant dans un matériau ;
- sélectionner, vérifier ou valider et appliquer une méthode appropriée ;
- déterminer les caractéristiques qui permettent de reconnaître les fibres d'amianté ;

- identifier la ou les variétés minéralogiques d'amiante ;
- discriminer, en fonction des techniques analytiques, les fibres d'amiante de toutes fibres interférentes, minérales ou non, ayant des caractéristiques proches ;
- éviter les pollutions croisées (cf. mise en place de témoins, de blancs, de nettoyages, utilisation de hottes) ;
- connaître les principes des techniques analytiques utilisées et les mettre en œuvre.

➤ Compétences nécessaires pour réaliser une analyse en MOLP

Le personnel habilité à la technique d'analyse par MOLP maîtrise :

- Le principe général de microscopie optique ;
- L'entretien, le réglage et l'utilisation du MOLP pour observer les critères permettant d'identifier les variétés minéralogiques de fibres d'amiante (pléochroïsme, biréfringence, angle d'extinction, allongement, réfringence*,...).

* Concernant la réfringence, il convient de maîtriser la technique de dispersion des couleurs avec objectif à dispersion par coloration et butée centrale (Mc Crone) ou avec objectif à contraste de phase positif, ou la technique de la frange de Becke en application du/des texte(s) de référence (cf. Guide HSG 248 – Annexe 2 ou ISO 22262-1).

Note : il sera vérifié que le personnel réalisant l'analyse est capable de distinguer les couleurs. (Exemple : test d'Ishihara).

➤ Compétences nécessaires pour réaliser une analyse en MEBA

Le personnel habilité à la technique d'analyse par MEBA maîtrise :

- Le principe général de microscopie électronique à balayage ;
- Le principe de l'analyse chimique en dispersion d'énergie des rayons X ;
- Le réglage¹ et l'utilisation du MEBA pour observer les critères permettant de classer les variétés minéralogiques de fibres d'amiante (morphologie, chimie).

➤ Compétences nécessaires pour réaliser une analyse en META

Le personnel habilité à la technique d'analyse par META maîtrise :

- Le principe général de microscopie électronique à transmission, notamment la diffraction électronique ;
- Le principe de l'analyse chimique en dispersion d'énergie des rayons X ;
- Le réglage¹ et l'utilisation du META pour observer les critères permettant d'identifier les variétés minéralogiques de fibres d'amiante (morphologie, cristallographie, chimie).

¹ Le réglage vise à s'assurer que le microscope est opérationnel pour réaliser l'analyse. Ceci est différent de l'entretien et l'étalonnage du microscope confié à du personnel habilité.

7.3. Installations et conditions ambiantes

NF EN ISO/CEI 17025 chap. 5.3

Le laboratoire doit mettre en œuvre des moyens (par exemple, nettoyages, utilisation de hottes, travail en milieu aqueux) et des contrôles (par exemple, contrôles d'atmosphères avec une fréquence adaptée à l'activité du laboratoire) permettant d'éviter toute contamination des échantillons et/ou l'exposition du personnel.

Il est recommandé de séparer les activités pour lesquelles les risques de contamination sont différents (exemple : prélèvement, préparation (air, matériaux, sols...), analyses).

Des dispositions sont prévues pour gérer le risque de contamination de l'air par des fibres d'amiante.

Les contrôles d'atmosphère dans le cadre de ces surveillances font l'objet d'une stratégie d'échantillonnage permettant de démontrer l'absence de fibres d'amiante, quelles que soient leurs tailles, avec une précision adaptée à l'essai.

L'organisme doit prévoir des dispositions à mettre en œuvre en cas d'une éventuelle pollution.

7.4. Manutention des objets d'essai

NF EN ISO/CEI 17025 chap. 5.8

Le laboratoire s'assure, suivant les exigences réglementaires et contractuelles que :

- le conditionnement est conforme et non défectueux : conditionnement individuel sous double emballage étanche (sacs plastiques, tubes, etc...) ;
- l'intégrité des échantillons à réception est assurée ;
- la fiche d'accompagnement est présente (les informations pertinentes sont disponibles dans la réglementation et/ou la norme NF X46-020) ;
- la quantité d'échantillon permet une description macroscopique et une analyse de chaque couche (selon demande du client) constituant le matériau ou produit et une deuxième analyse éventuelle (défini lors de sa validation de méthode et fourni contractuellement au client par le laboratoire).

Si l'échantillon reçu ne satisfait pas à ces critères, il revient au laboratoire d'analyser la situation conformément à ses dispositions de gestion des travaux non conformes.

7.5. Méthode d'essai

NF EN ISO/CEI 17025 chap. 5.4
LAB REF 02 § 9.2

La méthode d'essai est constituée de plusieurs étapes : examen initial, préparation et analyse. Les paragraphes ci-après visent à expliciter les règles de l'art dans le domaine (choix des méthodes, validation de la méthode de préparation, etc...)

7.5.1. Généralités

a) Examen initial

L'examen initial contient les étapes suivantes :

- description détaillée de la nature de l'échantillon (type de matériaux, nombre et types de couches, ...)
- présence ou absence de fibres visibles ;
- examen, sous stéréo-microscope ou microscope optique, de manière à repérer les produits amiantifères susceptibles de composer l'échantillon et de les extraire en vue de leur analyse.

b) Préparation

La préparation couvre l'ensemble des étapes depuis la prise d'essai jusqu'à l'obtention d'un support directement observable par la technique de microscopie choisie. Celle-ci peut inclure un ou plusieurs traitement(s) simultanés ou non, le traitement étant un procédé permettant la libération et la concentration des fibres, et l'élimination de la matrice.

La méthode de préparation des échantillons peut être développée par le laboratoire en s'appuyant sur les principes de textes de référence (Chatfield SOP, EPA 600/R-93/116, Guide HSG 248, The Analyst, rapport ANSES paru en avril 2017, ISO 22262-1 ou ISO 22262-2, etc...). Ceci constitue alors une méthode interne, qui selon les principes du LAB REF 08, doit être validée avant utilisation.

Dans le domaine technique, il existe également des méthodes reconnues (Cf définition du LAB REF 08) qui peuvent être utilisées pour la préparation des échantillons. Dans ce cas là, la méthode nécessite une vérification au préalable de son autorisation d'emploi.

c) Analyses

Il existe plusieurs techniques d'analyses. Certaines permettent l'identification des fibres d'amiante par la combinaison d'études de la morphologie, de la composition chimique et de la structure du cristal. Les techniques possibles sont le MOLP ou le META.

La technique MEBA permet quant à elle la classification des fibres d'amiante.

L'utilisation combinée des deux techniques MOLP et META sur un même échantillon massif permet d'obtenir des résultats plus fiables que la mise en œuvre d'une seule de ces méthodes.

Concernant la technique d'analyse au MOLP, le laboratoire décide de la nécessité de l'utilisation de méthode de concentration et de dissociation selon la nature de la matrice.

Concernant les techniques d'analyses META et MEBA, le laboratoire devrait disposer, *a minima* pour les matériaux non fibreux, de méthodes de concentration et de dissociation (ou de libération des fibres).

Concernant la technique META, il convient que le laboratoire maîtrise la méthode dans sa totalité, en particulier les techniques de diffraction électronique et d'analyse en dispersion d'énergie des rayons X et qu'il les mette en œuvre, *a minima*, sur chaque type de fibres détecté.

7.5.2. Sélection et détermination des performances des méthodes

La norme NF EN ISO/CEI 17025 indique que le laboratoire doit s'assurer qu'il peut correctement appliquer les méthodes qu'il sélectionne avant de les mettre en œuvre pour des essais ou des étalonnages.

Ceci s'applique lors de la mise en place de méthode qualitative ou quantitative, que les méthodes soient reconnues ou développées par le laboratoire, et à chaque révision ou évolution de méthode (modification du principe de méthode, de la matrice analysée, des solvants utilisés, etc...). Les confirmations / validations et autorisations d'emploi des méthodes font l'objet d'enregistrements (Cf LAB REF 08).

Régulièrement, le laboratoire est invité à vérifier qu'il atteint toujours l'ensemble des facteurs de performance de la méthode utilisée et ceci même dans le cas d'une analyse qualitative (notamment la limite de détection). Ceci permettra de définir et de faire évoluer la fréquence de suivi périodique du processus analytique.

a) Confirmation des méthodes reconnues

Les exigences en matière de confirmation de méthode reconnue sont définies dans le document LAB REF 08.

b) Validation des méthodes développées par le laboratoire

La méthode de préparation et/ou d'analyse d'échantillon pour recherche d'amiante, si elle n'est pas normalisée, doit être validée comme exigé dans la norme NF EN ISO/CEI 17025.

Il appartient au laboratoire de démontrer que les performances de la méthode de préparation et/ou de l'analyse sont en accord avec les exigences réglementaires, normatives, ou tout document de bonne pratique, le cas échéant.

Le dossier peut être composé des données suivantes :

- Données de fidélité : répétabilité, reproductibilité intra-laboratoire, et incertitudes de mesure (au moins l'évaluation des causes d'erreurs et des moyens de maîtrise) ;
- Données de spécificité : Association amiante / matrice / préparation / analyse ;
- Sensibilité : réalisée en tenant notamment compte de la limite de détection garantie^{2 3 4} en fonction des associations définies sous l'item « données de spécificité ».

² La limite de détection garantie est une limite choisie par le laboratoire, qui ne peut pas être inférieure à la limite de détection définie pour un intervalle de confiance à 95% lors de sa validation de méthode.

³ La limite de détection garantie ne peut être supérieure à 0,1%.

⁴ En cas d'analyse multi-couches non dissociables, il est attendu que le laboratoire mène une réflexion sur la limite de détection.

La validation de la méthode est réalisée à partir des matrices représentatives du domaine d'application revendiqué.

Le laboratoire choisira parmi les différentes méthodes, la plus appropriée pour les matrices étudiées. Les échantillons utilisés pour la validation pourront provenir de :

- 1) Matériaux issus des EIL si ces derniers sont suffisamment caractérisés (*a minima* LACS pour la limite de détection et AIMS pour l'identification provenant d'HSL) ;
- 2) Matériaux issus d'organisme(s) externe(s). Le laboratoire devra disposer des documents garantissant la quantité d'amiante contenu dans les matériaux ;
- 3) Matériaux préparés par le laboratoire à partir de matériaux réels non contaminés sur la base de standards d'amiante analytiques, ou équivalents (à démontrer). Dans ce cas :
 - le laboratoire utilise une balance de précision permettant la traçabilité du mesurage au SI dont la plage de mesure est compatible avec les quantités de matériau et d'amiante nécessaires à la réalisation du standard interne ;
 - Le mode opératoire utilisé lors de cette opération garantit la protection de l'opérateur et la non pollution du laboratoire ;
 - L'incertitude élargie U sur la fraction massique est estimée et est inférieure à 10 %. Dans le cas contraire, le laboratoire se placera dans la situation la plus défavorable et justifiera sa démarche ;
 - La procédure de réalisation des standards internes est décrite.

A noter que les matrices créées pour établir la limite de détection sont le plus proche possible, en terme de structure, des matrices rencontrées sur le terrain, afin de tester, *a minima*, le rendement de la méthode de préparation.

L'efficacité de la (ou des) méthode(s) est validée en vérifiant qu'elle garantit la récupération et la détection des fibres d'amiante dans un matériau en contenant plus de 0,1 % en masse dans 95% des cas. Les matrices testées sont celles qui sont indiquées dans l'annexe technique du laboratoire.

A minima dans le cas des analyses de matériaux ou produits du bâti où l'amiante a été ajouté intentionnellement, le chrysotile, la crocidolite et une autre amphibole amiante sont testés avec chacune de ces matrices (Cf. liste des portées décrite dans le LAB INF 44) sur un nombre significatif d'échantillons (il est admis dans le domaine qu'un nombre significatif correspond à 30 échantillons). Dans les autres cas, il est conseillé au laboratoire de tester le chrysotile et une amphibole amiante.

Les paramètres de la préparation et de l'analyse qui permettent d'atteindre les performances de la méthode validée sont fixés pour chaque matrice (par exemple : quantité de matière préparée, taux d'obscurcissement maximum et minimum, nombres d'ouvertures de grille lues, grandissement, etc...).

Pour une méthode analytique déjà validée, l'utilisation d'un nouvel équipement (principe de méthode et performances identiques) implique au minimum une vérification que la performance de la méthode est identique.

En cas de modification d'un paramètre d'influence du résultat (équipement, principe de méthode, etc...) le laboratoire est invité à évaluer l'impact, et s'il y a eu lieu de procéder à une nouvelle validation, ou confirmation de la méthode (Cf exigences du LAB REF 08).

Remarque dans le cas de l'amiante naturel :

Les minéraux sont chimiquement caractérisés à partir de leur formule structurale (fraction molaire, en respectant la formule de l'architecture du minéral), l'incertitude type u sur le nombre d'atomes par unité de formule (apfu) pour chaque élément doit être estimée et doit être prise en compte dans l'interprétation des diagrammes (exemple le diagramme de Leake des amphiboles calciques).

Le calcul qui permet d'établir la formule structurale du minéral est vérifié à partir des standards.

7.6. Equipement

NF EN ISO/CEI 17025 chap. 5.5

Il est attendu du laboratoire qu'il fasse preuve d'une très grande vigilance dans le nettoyage des équipements (exemple : nettoyage humide pour la microscopie optique), lorsqu'ils sont utilisés pour différents échantillons afin d'éviter d'éventuelles contaminations croisées.

7.6.1. Optique

a) Stéréo-microscope

Afin d'observer correctement les matériaux et éventuelles fibres lors de l'examen initial, le stéréo-microscope doit permettre un grossissement continu de l'échantillon *a minima* de $\times 10$ à $\times 40$, il doit être équipé de deux oculaires et d'une source de lumière permettant d'éclairer l'échantillon.

Au besoin, il peut être équipé d'une caméra pour la prise de photos en vue de la formation des opérateurs.

b) MOLP

Il doit permettre l'observation de la préparation à un grossissement minimum de $\times 100$, doit être équipé de deux oculaires, d'une lame à retard λ (lambda) pour l'allongement, d'une lentille de Bertrand pour le centrage des optiques et d'une platine rotative. Il est possible de réaliser l'observation avec le polariseur et l'analyseur, ou un seul des deux.

Au besoin, il peut être équipé :

- d'une caméra pour la prise de photos et pour la formation des opérateurs. Dans ce cas, la caméra devra avoir une résolution suffisante pour observer les fines particules.
- d'un objectif à dispersion par coloration et butée centrale (Mc Crone) et/ou d'un objectif à contraste de phase positif.

7.6.2. Microscopes électroniques

a) MEBA

Dans sa configuration usuelle, la technique MEBA permet d'obtenir des informations sur la morphologie et la composition chimique élémentaire, mais pas sur la structure cristalline des éléments observés. De ce fait, la technique MEBA ne peut être utilisée qu'à des fins de classification et non d'identification.

Cependant, si certaines évolutions de techniques complémentaires adaptables au MEB, permettent d'accéder aux trois critères d'identification (morphologie, composition et cristallographie), le laboratoire démontrera que le matériel utilisé est capable de discriminer les

différents types d'amiante, notamment en mesurant et indexant leurs plans cristallographiques sur des fibres de 20 nm de diamètre.

Il est conseillé d'utiliser une tension d'accélération d'*a minima* 20 kV.

b) META

Le microscope doit permettre une observation des clichés de diffraction caractéristiques des fibres d'amiantes et la mesure des distances en mode image ou en mode diffracté.

Il sera vérifié que le porte-échantillon utilisé n'interfère pas sur les analyses chimiques. Le cas échéant, le laboratoire prendra les dispositions nécessaires pour maîtriser cette situation.

Au besoin, il peut être équipé :

- d'une caméra pour la prise de photos et pour la formation des opérateurs. Dans ce cas, la caméra devra avoir une résolution suffisante pour observer les fines particules ;
- d'un système de mesure intégré ;
- d'un porte échantillon permettant une orientation de celui-ci dans l'espace (exemple : double « tilt ») ;
- d'un porte échantillon multi-position pouvant accueillir plusieurs échantillons. Dans ce cas, le laboratoire devra démontrer l'absence d'interférence entre les échantillons.

Pour l'analyse en dispersion d'énergie de rayons X, si le laboratoire montre que les résultats des analyses quantitatives des compositions chimiques élémentaires, obtenues à partir de minéraux de référence certifiés constitués d'éléments chimiques majeurs composants les fibres d'amiante, sont de l'ordre de 10 % par rapport aux concentrations élémentaires des minéraux de référence, il n'y a pas nécessité de recalculer les k facteurs de chaque élément d'intérêt. Il est recommandé de vérifier la cohérence des courbes de k facteurs.

Les paramètres de réglage (constante d'acquisition, multi-canaux, verrouillage du logiciel de quantification,...) doivent être enregistrés par le laboratoire.

7.7. Traçabilité du mesurage

NF EN ISO/CEI 17025 chap. 5.6
LAB REF 02 § 9.3

Les minéraux de référence possédant par exemple un certificat du MAC (Microanalyses Consultants) peuvent être utilisés pour l'étalonnage du système d'analyse en dispersion d'énergie (EDXA).

Pour le grandissement réel d'observation sur l'écran du MET, les grilles réseaux n'étant pas certifiées, il convient d'utiliser un autre moyen de vérification (par exemple microsphères avec certificat du NIST).

Si le microscope est équipé d'une fonction permettant la mesure directe en mode diffraction, et que celle-ci est étalonnée, il n'est pas nécessaire de raccorder la longueur de caméra. Il est rappelé que le grandissement réel d'observation doit faire l'objet d'une vérification.

Le grandissement réel d'observation doit être adapté à la taille de l'objet observé. Pour l'observation des fibres d'amiante, il doit être supérieur à 10.000 sur l'écran d'observation (grandissement qui peut être différent de celui affiché par le microscope).

Une fois les réglages réalisés, il est conseillé de vérifier la pertinence de ceux-ci à l'aide de standards d'Amiante.

7.8. Assurer la qualité des résultats d'essai

NF EN ISO/CEI 17025 chap. 5.9
LAB REF 02 § 9.5

Conformément à la politique *ad hoc* présentée dans le document LAB REF 02, sauf exigences réglementaires particulières, le laboratoire doit, lorsqu'elles existent et sont appropriées, participer aux comparaisons interlaboratoires pour démontrer ses compétences et assurer la qualité de ses résultats. Le laboratoire privilégiera les comparaisons organisées par des organismes accrédités suivant la norme NF EN ISO/CEI 17043.

Dans le domaine de l'amiante, il est recommandé de participer *a minima* aux circuits d'intercomparaisons, par exemple ceux du Health & Safety Laboratory (AIMS et LACS pour le META).

L'exploitation des résultats obtenus est réalisée conformément à la politique du Cofrac en matière de comparaisons interlaboratoires définie dans le document LAB REF 02.

Il est fortement recommandé que le laboratoire complète les préconisations ci-dessus par la mise en œuvre d'autres types de contrôles internes en s'appuyant sur les indications du guide HSG 248.

7.9. Rapports sur les résultats

NF EN ISO/CEI 17025 chap. 5.10
LAB REF 02 § 9.5
LAB REF 02 § 9.8

7.9.1. Présentation du rapport

Le rapport d'analyse doit comprendre notamment, dans le cas des matériaux du bâti, les éléments suivants (liste non exhaustive) :

- Par échantillon :
 - la référence et la description de l'échantillon reçu (examen initial) ;
 - la ou les couche(s) constituant l'échantillon en spécifiant sa/leurs caractéristique(s) (type, aspect, couleur ...) y compris la/les couche(s) dont l'analyse n'est pas demandée par le client ;
 - toute réserve, si les conditions de réception de l'échantillon sont de nature à altérer les résultats de l'analyse (couches non dissociables, quantité de l'échantillon ou des couches insuffisantes,).

- Par couche :
 - o le nombre de préparations ;
 - o le principe de traitement (broyage manuel, broyage mécanique, calcination, attaque chimique ...) ;
 - o la méthode d'analyse (principe et référence) ;
 - o la variété minéralogique des fibres d'amiante observées ⁵ ;
 - o La limite de détection garantie du laboratoire en fonction de la méthode d'analyse utilisée.

Note : en cas d'analyse multi-couches non dissociables, sur le rapport est indiqué la limite de détection garantie résultant de l'investigation sur le matériau multi-couches concerné.

Quelle que soit la méthode analytique utilisée, le rapport d'analyse peut également contenir des informations fournies par le client comme par exemple :

- la localisation complète, la date et le lieu du prélèvement ;
- la provenance de l'échantillon (prélèvement réalisé dans le cadre d'un repérage dans un immeuble bâti, prélèvement d'enrobé, de carrière, etc...) ;
- l'identification du préleveur ;
- la possible contamination de l'échantillon par un support annexe.

Ces informations n'étant pas couvertes par l'accréditation du laboratoire, elles doivent être identifiées comme telles au sein du rapport d'analyse.

7.9.2. Distinction entre « classification » et « identification »

Dans les cas suivants, on parlera de « classification » et non « d'identification ». Si des fibres sont détectées et que l'analyse a été réalisée :

- en MEBA ;
- en META et que l'identification n'a pas été réalisée sur les trois critères (morphologie, analyse chimique et diagramme de diffraction) ou à partir de critères majeurs (par exemple indice de Miller du Chrysotile, etc....) ;
- en MOLP, que l'identification n'a pas été réalisée sur l'ensemble des critères, et que l'analyse n'a pas été prolongée en microscopie électronique.

⁵ Dans des cas particuliers, il peut subsister un doute lors de l'identification de la variété minéralogique. Dans ces cas, le laboratoire ne peut conclure à l'absence, ni à la présence d'amiante dans l'échantillon, même sous forme de classification, mais devra préciser sur le rapport d'essai ses observations et réserves. Dans ce cas, il est fortement recommandé d'avoir recours à des avis & interprétations.

7.9.3. Expression des résultats

Le résultat de l'analyse est donné en termes d'amiante détecté ou non détecté. En cas d'amiante détecté, le laboratoire identifie ou classe la variété minéralogique des fibres d'amiante observées. En cas d'amiante non détecté, les mentions proposées, en fonction des différentes techniques mises en œuvre, sont les suivantes :

➤ MOLP

« Amiante non détecté, la couche peut renfermer une teneur inférieure à la limite de détection garantie de fibre d'amiante optiquement observable* »

Avec les indications suivantes :

« * Pour être optiquement observable, une fibre doit avoir un diamètre supérieur à 0,2 µm. ».

➤ MEBA

« Amiante non détecté, la couche peut renfermer une teneur inférieure à la limite de détection garantie de fibre d'amiante ** »

Avec l'indication suivante :

« **Pour être systématiquement observable, une fibre doit avoir un diamètre supérieur à 0,2 µm. ».

La technique MEBA permet de conclure à une compatibilité des fibres, mais elle ne permet pas d'obtenir une identification absolue.

➤ META

« Amiante non détecté, la couche peut renfermer une teneur inférieure à la limite de détection garantie de fibre d'amiante ».

8. Précisions complémentaires

8.1. Instructions des demandes d'accréditation initiale et d'extension

Conformément au LAB REF 05, une expertise documentaire préalable à l'évaluation sur site peut être nécessaire, notamment dans le cas d'une demande relative à des matrices pouvant contenir naturellement de l'amiante, pour que le Cofrac puisse se prononcer sur la possibilité d'évaluer la demande d'accréditation ou d'extension du laboratoire pour l'emploi de la méthode concernée par cette validation.

Conformément à la politique du LAB REF 02, lors d'une demande d'accréditation initiale ou d'extension d'accréditation, le Cofrac examine si le laboratoire s'est mis en situation de participer aux comparaisons interlaboratoires appropriées existantes pour le domaine concerné par cette demande.

8.2. Pratiques d'évaluation sur site

Conformément au LAB REF 05, l'évaluation consiste notamment en une observation de la réalisation de tout ou partie des prestations dans la portée d'accréditation revendiquée, y compris la phase de préparation.

Lorsque le laboratoire travaille uniquement sur des matériaux ou produits avec présence d'amiante ajoutée intentionnellement, il sera vérifié sa compétence à identifier les amiantes de composition chimique courantes telles qu'indiquées dans le rapport AFSSET « les fibres courtes et les fibres fines d'Amiante » de février 2009 reprenant le tableau de « compositions chimiques typiques des amphiboles d'après Kirk-Othmer de 1978 ».

Lorsque le laboratoire travaille dans les autres domaines (non pollués par des matériaux ou produits précédemment cités), il sera vérifié sa compétence à identifier les fibres d'amiante notamment sur les diagrammes IMA pour les analyses META.