
**Qualité de l'air — Matériaux solides —
Partie 3:
Dosage quantitatif de l'amiante par la
méthode de diffraction des rayons X**

Air quality — Bulk materials —

*Part 3: Quantitative determination of asbestos by X-ray diffraction
method*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Numéro de référence
ISO 22262-3:2016(F)

© ISO 2016

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Étendue de mesure	3
5 Limite de quantification	3
6 Symboles et abréviations	4
7 Exigences relatives à la quantification	4
8 Appareillage et réactifs	6
8.1 Appareillage.....	6
8.2 Réactifs.....	7
9 Méthode DRX quantitative et principe	7
9.1 Méthodes DRX quantitatives utilisant un étalon externe.....	7
9.2 Résumé de la méthode quantitative.....	8
9.3 Préparation de la courbe d'étalonnage et mesurage.....	9
9.4 Minéraux interférents.....	9
10 Préparation de l'échantillon broyé	9
10.1 Préparation de l'échantillon broyé à partir de l'échantillon d'origine.....	9
10.2 Traitement thermique des échantillons broyés contenant des constituants organiques.....	10
10.3 Prétraitement en vue de la préparation d'échantillons résiduels.....	10
10.4 Préparation des sous-échantillons résiduels.....	11
11 Pics de diffraction utilisés pour l'analyse de l'amiante et des minéraux interférents	12
11.1 Pics de diffraction utilisés pour l'analyse quantitative de l'amiante.....	12
11.2 Minéraux interférents.....	15
11.2.1 Minéraux interférents potentiels.....	15
11.2.2 Traitements de réduction de la masse pour dissoudre des minéraux interférents.....	16
12 Analyse quantitative par DRX utilisant la correction de l'absorption de masse du substrat étalon	17
12.1 Généralités.....	17
12.2 Préparation de la courbe d'étalonnage.....	17
12.2.1 Préparation de la courbe d'étalonnage I.....	17
12.2.2 Préparation de la courbe d'étalonnage II.....	18
12.3 Mode opératoire d'analyse quantitative.....	18
12.4 Calcul de la fraction massique d'amiante.....	19
12.4.1 Calcul de la fraction massique d'amiante à partir d'un échantillon résiduel.....	19
12.4.2 Calcul de la fraction massique d'amiante à partir d'un sous-échantillon résiduel.....	19
12.5 Limites inférieures de détection et de dosage quantitatif applicables à la courbe d'étalonnage.....	20
12.6 Évaluation de l'incertitude de mesure DRX.....	20
13 Rapport d'essai	21
Annexe A (normative) Paramètres du diffractomètre à rayons X pour l'analyse quantitative de l'amiante	22
Annexe B (normative) Correction de l'absorption de masse du substrat étalon pour la quantification de l'amiante	29

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/patents).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, et pour toute autre information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos](#) – Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 3, *Atmosphères ambiantes*.

L'ISO 22262 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'air — Matériaux solides*:

- *Partie 1: Échantillonnage et dosage qualitatif de l'amianté dans les matériaux solides d'origine commerciale*
- *Partie 2: Dosage quantitatif de l'amianté en utilisant les méthodes gravimétrique et microscopique*
- *Partie 3: Dosage quantitatif de l'amianté par la méthode de diffraction des rayons X*

Introduction

L'amiante était auparavant utilisé dans une vaste gamme de produits. Des matériaux contenant de grandes proportions d'amiante étaient utilisés dans les secteurs de la construction et de l'industrie pour l'ignifugation, l'isolation thermique et l'isolation phonique. L'amiante était également utilisé pour renforcer les matériaux et pour améliorer les caractéristiques de rupture et de flexion. Une grande proportion de l'amiante produit était utilisée dans les produits en amiante-ciment, notamment les plaques planes, les tuiles et les plaques ondulées pour la couverture, les tuyaux et gouttières pour la récupération d'eau de pluie et les tuyaux sous pression pour l'alimentation en eau potable. L'amiante était également incorporé dans des produits tels que les revêtements et les enduits décoratifs, les colles, les mastics, les résines, les dalles, les joints et les revêtements routiers. Dans certains produits, de l'amiante était ajouté pour modifier les propriétés rhéologiques, par exemple dans la fabrication de plaques de faux plafond et les boues de forage pétrolier.

Alors que la concentration en amiante dans certains produits a pu être très élevée et approcher parfois les 100 %, les concentrations en amiante dans d'autres produits étaient nettement inférieures et souvent comprises entre 1 % et 15 %. Dans certaines plaques de faux plafond, la concentration en amiante utilisée était proche de 1 %. Il n'existe que quelques matériaux connus dans lesquels la concentration en amiante était inférieure à 1 %. Certains adhésifs, produits d'étanchéité et mastics ont été fabriqués avec des concentrations en amiante inférieures à 1 %. On ne connaît aucun matériau du commerce dans lequel l'une des variétés d'amiante courantes (chrysotile, amosite, crocidolite ou anthophyllite) a été intentionnellement ajoutée à des concentrations inférieures à 0,1 %.

L'ISO 22262-1 spécifie les modes opératoires de prélèvement d'échantillons et d'analyse qualitative de l'amiante dans des matériaux solides d'origine commerciale à l'aide de méthodes microscopiques telles que la microscopie en lumière polarisée (MLP). L'ISO 22262-2 spécifie les modes opératoires de détermination de la fraction massique d'amiante dans les matériaux solides à l'aide de méthodes microscopiques.

La présente partie de l'ISO 22262 spécifie les modes opératoires d'analyse applicables au dosage quantitatif de l'amiante par diffraction des rayons X (DRX). Le mode opératoire utilise une méthode de correction de l'absorption de masse du substrat étalon pour quantifier l'amiante préalablement identifié par la méthode microscopique de l'ISO 22262-1. Alors que la méthode DRX est efficace pour l'analyse qualitative de substances cristallines dans les échantillons pulvérulents par mesurage des diagrammes de diffraction associés à la structure cristalline, elle ne permet toutefois pas de différencier les différentes propriétés morphologiques d'un même matériau. Ainsi, la méthode DRX ne permet pas de différencier les analogues asbestiformes et non asbestiformes de la serpentine des amphiboles. En outre, les principaux pics de diffraction des différentes amphiboles se situent dans une gamme très étroite et il n'est pas possible de quantifier chaque amphibole lorsqu'un mélange d'amphiboles est présent. Les pics de diffraction apparaissant dans les diagrammes DRX des minéraux contenant de l'amiante sont considérés comme des «pics d'amiante potentiels» censés représenter l'amiante détecté lors de l'analyse décrite dans l'ISO 22262-1. Cependant, si de la serpentine et de l'amphibole non asbestiformes sont présentes dans la matrice d'échantillon, les «pics d'amiante potentiels» les représenteront. Par conséquent, cette méthode ne s'applique pas aux échantillons dans lesquels de la serpentine ou de l'amphibole non asbestiforme est présente.

Une méthode DRX classique, qui utilise un échantillon pulvérulent monté dans un support pour échantillon pulvérulent et un compteur de scintillations, permet de quantifier un matériau cristallin à une concentration d'environ 1 %. La méthode DRX utilisant une méthode de correction de l'absorption de masse du substrat étalon employée dans la présente partie de l'ISO 22262 permet de détecter les pics de diffraction d'amiante chrysotile de 0,01 mg sur un filtre à membrane de 2 cm² [0,01 mg/filtre (2 cm²)] comme indiqué dans les Références [13] et [14]. La quantité d'échantillon sur le filtre est limitée à 15 mg en raison de la limite de correction de l'absorption des rayons X. Dans cette méthode, des modes opératoires de réduction gravimétrique de la matrice sont utilisés pour réduire les constituants matriciels et les minéraux interférents dans un échantillon broyé de 100 mg. Lorsque la réduction de la matrice atteint un taux résiduel de 10 % ou moins, la méthode DRX peut donner une limite de détection de 0,01 % en masse et la limite de quantification peut diminuer jusqu'à 0,03 % en masse. Lorsque la réduction de la matrice est moins efficace et que le taux résiduel dépasse 10 % de

l'échantillon d'origine de 100 mg, un échantillon subdivisé de 10 mg à 15 mg est prélevé sur l'échantillon résiduel. Si la réduction de la matrice est faible ou inexistante, la limite de détection peut augmenter jusqu'à environ 0,1 % et la limite de quantification peut augmenter jusqu'à environ 0,3 %. Lorsque la réduction de la matrice atteint un taux résiduel d'environ 30 % de la masse d'origine, la limite de quantification est d'environ 0,1 %. Ces limites de détection et de quantification sont encore dégradées si des pics de rayons X interférents ou des intensités de rayons X à bruit de fond élevé sont présents dans les matériaux matriciels.

La méthode DRX spécifiée dans la présente partie de l'ISO 22262 repose sur les méthodes NIOSH 9000-1/7,^[16] NIOSH 7500-1/10,^[17] EPA/600/R-93/116^[18] et JIS A 1481-3^[19].

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Qualité de l'air — Matériaux solides —

Partie 3:

Dosage quantitatif de l'amiante par la méthode de diffraction des rayons X

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 22262 est principalement destinée à l'analyse quantitative d'échantillons dans lesquels de l'amiante a été identifié à des fractions massiques estimées inférieures à environ 5 % en masse.

La présente partie de l'ISO 22262 étend l'applicabilité et la limite de détection de l'analyse quantitative grâce à l'utilisation de modes opératoires simples de calcination et/ou de traitement à l'acide avant la quantification DRX.

La présente partie de l'ISO 22262 est applicable aux matériaux contenant de l'amiante identifiés dans l'ISO 22262-1. Des exemples de matrices d'échantillons sont les suivants:

- a) tout matériau de construction dans lequel de l'amiante a été détecté par l'analyse décrite dans l'ISO 22262-1;
- b) les dalles souples, les matériaux bitumineux, les feutres pour toitures et tout autre matériau dans lequel de l'amiante est incorporé dans une matrice organique et dans lequel de l'amiante a été détecté en utilisant l'ISO 22262-1;
- c) les enduits muraux et de plafond, avec ou sans granulat, dans lesquels de l'amiante a été détecté en utilisant l'ISO 22262-1.

Si de la serpentine ou de l'amphibole non asbestiforme est incluse dans la matrice, les pics DRX considérés comme des «pics d'amiante potentiels» représenteront ces minéraux. Cette méthode ne s'applique ni aux minéraux naturels susceptibles de contenir de l'amiante ni aux produits constitués de minéraux naturels de ce type. Cette méthode s'applique uniquement aux échantillons de matériaux de construction contenant de l'amiante du commerce ajouté intentionnellement, y compris l'amiante trémolite.

La présente partie de l'ISO 22262 est destinée à être utilisée par les analystes familiarisés avec les méthodes de diffraction des rayons X et les autres modes opératoires d'analyse indiqués dans les Références [5] et [6]. L'objectif de la présente partie de l'ISO 22262 n'est pas de fournir des informations de base sur les modes opératoires d'analyse fondamentaux.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 22262-1:2012, *Qualité de l'air — Matériaux solides — Partie 1: Échantillonnage et dosage qualitatif de l'amiante dans les matériaux solides d'origine commerciale*

ISO 22262-2:2014, *Qualité de l'air — Matériaux solides — Partie 2: Dosage quantitatif de l'amiante en utilisant les méthodes gravimétrique et microscopique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 asbestiforme

type de fibrosité minérale spécifique dans lequel les fibres et les fibrilles possèdent une résistance à la traction et une flexibilité élevées

[SOURCE: ISO 13794:1999, 2.6]

3.2 amiante

groupe de minéraux de silicates appartenant aux groupes des serpentines et des amphiboles qui se sont cristallisés en faciès asbestiforme, ce qui permet, lorsqu'ils sont traités ou broyés, de les séparer facilement en fibres longues, minces, flexibles et solides

Note 1 à l'article: Les numéros de registre CAS des variétés d'amiante les plus courantes sont: chrysotile (12001-29-5), crocidolite (12001-28-4), amiante grunérite (amosite) (12172-73-5), amiante anthophyllite (77536-67-5), amiante trémolite (77536-68-6) et amiante actinolite (77536-66-4). D'autres variétés d'amphibole asbestiforme, notamment l'amiante richtérite et l'amiante winchite,^[20] sont également présentes dans certains produits tels que la vermiculite et le talc.

[SOURCE: ISO 13794:1999, 2.7, modifiée]

3.3 échantillon broyé

échantillon analytique préparé par broyage et tamisage de l'échantillon d'origine

3.4 réduction gravimétrique de la matrice

opération au cours de laquelle les constituants d'un matériau sont sélectivement dissous ou séparés, laissant un résidu dans lequel tout amiante présent dans le matériau d'origine est concentré

[SOURCE: ISO 22262-2:2014, 3.22]

3.5 intensité intégrale

comptage des surfaces des pics (comptage global) d'un pic DRX désigné après soustraction de la surface de fond

3.6 limite de détection

masse d'amiante sur un échantillon filtré qui produit un pic DRX détectable dans les conditions de mesure indiquées dans l'[Annexe A](#)

Note 1 à l'article: Exprimée en pourcentage (fraction massique) de l'échantillon d'origine.

3.7 limite de quantification

masse d'amiante sur un échantillon filtré pour lequel l'intensité intégrale du pic DRX peut être mesurée

Note 1 à l'article: Exprimée en pourcentage (fraction massique) de l'échantillon d'origine. La limite de quantification représente généralement trois fois la limite de détection.

3.8 matrice

matériau dans un échantillon solide dans lequel les fibres sont dispersées

[SOURCE: ISO 22262-1:2012, 2.36, modifiée]

3.9**échantillon d'origine**

échantillon prélevé sur un matériau de construction et qui a été analysé selon l'ISO 22262-1

3.10**taux résiduel**

taux (pourcentage) de réduction obtenu par réduction gravimétrique de la matrice de l'échantillon broyé

3.11**échantillon résiduel**

échantillon analytique restant après traitement à l'acide formique ou après un autre traitement approprié pour éliminer les constituants matriciels

3.12**incertitude-type**

incertitude du résultat de mesure, exprimée sous forme d'écart-type

[SOURCE: ISO 20988:2007, 3.2]

3.13**sous-échantillon résiduel**

sous-échantillon analytique prélevé sur l'échantillon résiduel pour l'analyse lorsque le taux résiduel dépasse 15 %

4 Étendue de mesure

La présente partie de l'ISO 22262 est applicable aux échantillons de matériaux de construction et l'étendue cible pour la fraction massique d'amiante est comprise entre 0,1 % et 5 %. Dans cette méthode, des modes opératoires de réduction gravimétrique de la matrice sont utilisés pour réduire les constituants matriciels et les minéraux interférents dans un échantillon broyé de 100 mg. Il n'existe pas de limite supérieure de quantification; cette méthode DRX permet de quantifier l'amiante jusqu'à 100 %. La limite inférieure de l'étendue dépend du taux résiduel obtenu par les méthodes de réduction de la matrice. Lorsque la méthode de réduction de la matrice n'est pas efficace et que l'échantillon reste présent en totalité, la limite de détection (LOD) est de 0,1 % et la limite de quantification (LOQ) est de 0,3 %. Lorsque des valeurs moins élevées du taux résiduel peuvent être atteintes, la LOD et la LOQ peuvent diminuer jusqu'à 0,01 % ou moins. Cependant, la LOD et la LOQ qui peuvent être obtenues pendant les analyses des matériaux de construction dépendent également du pic de rayons X choisi pour l'analyse et du fait que des pics de rayons X interférents ou un bruit de fond de haute intensité sont présents dans les matériaux matriciels.

5 Limite de quantification

Cette méthode DRX permet de détecter 0,01 mg d'amiante dans un échantillon de 10 mg sur un filtre de 2 cm² et de quantifier 0,03 mg d'amiante dans un échantillon de 10 mg sur un filtre de 2 cm². La masse maximale de l'échantillon pour lequel l'absorption des rayons X peut être corrigée est d'environ 15 mg sur un filtre de 2 cm². Dans cette méthode, des modes opératoires de réduction gravimétrique de la matrice sont utilisés pour réduire les constituants matriciels et les minéraux interférents dans un échantillon broyé de 100 mg. Lorsqu'un échantillon de 100 mg contenant 0,01 mg d'amiante est réduit par réduction de la matrice à 10 mg (taux résiduel: 10 %), la méthode DRX permet de détecter 0,01 mg d'amiante sur le filtre. Par conséquent, il est possible de détecter 0,01 % d'amiante dans l'échantillon d'origine de 100 mg. Dans ce cas, la LOD et la LOQ de la méthode DRX sont d'environ 0,01 % et 0,03 %, respectivement. Lorsque les méthodes de réduction de la matrice sont moins efficaces et que plus de 15 mg de l'échantillon restent présents, la LOD et la LOQ peuvent augmenter jusqu'à 0,1 % et 0,3 %, respectivement. Une LOQ d'environ 0,1 % est atteinte lorsque l'échantillon est réduit à environ 30 % par les méthodes de réduction de la matrice.

La LOD et la LOQ qui peuvent être atteintes pendant l'analyse de matériaux de construction dépendent:

- a) du type d'amiante analysé;

- b) du fait qu'un pic secondaire est mesuré parce que les pics principaux sont interférés;
- c) des différences entre l'origine de l'amiante présente dans l'échantillon et celle du matériau de référence utilisé pour établir la courbe d'étalonnage;
- d) du niveau selon lequel la réduction gravimétrique de la matrice permet d'éliminer les matériaux matriciels;
- e) de la présence de pics de rayons X interférents ou de bruits de fond élevés dans les matériaux matriciels;
- f) de la puissance du générateur de rayons X et du type de détecteur de rayons X utilisé

6 Symboles et abréviations

m_1	masse de l'échantillon broyé au moment de l'analyse quantitative des rayons X (mg)
m_2	masse de l'échantillon résiduel au moment de l'analyse quantitative des rayons X (mg)
m_3	masse du sous-échantillon résiduel au moment de l'analyse quantitative des rayons X (mg)
A_s	masse de l'amiante dans l'échantillon résiduel d'après la courbe d'étalonnage (mg)
w_i	fraction massique d'amiante d'un échantillon analytique (%)
w_r	fraction massique d'amiante d'un sous-échantillon résiduel (%)
w	fraction massique d'amiante d'un matériau de construction ou d'autres matériaux (%)
r	taux de perte de masse après traitement thermique d'un échantillon contenant des constituants organiques
V	intensité intégrale de diffraction des rayons X lors du comptage
s_i	écart-type de l'intensité intégrale de diffraction des rayons X de i fois
a	gradient de la courbe d'étalonnage
w_k	limite inférieure de détection de la fraction massique d'amiante (%)
w_t	limite inférieure de détermination de la fraction massique d'amiante (%)
DRX	diffraction des rayons X

7 Exigences relatives à la quantification

Avant d'utiliser la présente partie de l'ISO 22262, l'échantillon doit avoir été examiné conformément à l'ISO 22262-1.

Il n'est pas forcément nécessaire de quantifier l'amiante à un niveau supérieur à l'estimation de la fraction massique obtenue à l'aide de l'ISO 22262-1. Cela dépend de la limite réglementaire en vigueur relative à la définition d'un matériau contenant de l'amiante, de la variété d'amiante identifiée et du fait que l'échantillon peut être reconnu ou non en tant que produit manufacturé. Les définitions réglementaires courantes des matériaux contenant de l'amiante vont de « présence de tout amiante » jusqu'à > 0,1 %, > 0,5 % et > 1 % en fraction massique d'une ou plusieurs des variétés d'amiante réglementées. Pour de nombreux échantillons solides analysés à l'aide de l'ISO 22262-1, il est intuitivement évident pour l'analyste expérimenté que la fraction massique d'amiante dépasse largement ces limites de fraction massique. Pour ces types d'échantillons, un analyste expérimenté peut également déterminer avec fiabilité que la fraction massique d'amiante est nettement inférieure à ces limites réglementaires. Toute quantification plus précise de l'amiante dans ces types d'échantillons est inutile car une

détermination plus précise et donc plus coûteuse de la fraction massique d'amiante ne changera ni le statut réglementaire du matériau contenant de l'amiante ni aucune décision ultérieure concernant son traitement. L'[Annexe C](#) contient un tableau illustrant les principaux matériaux contenant de l'amiante, la variété d'amiante utilisée dans ces matériaux et la gamme de fraction massique susceptible d'être présente. L'[Annexe C](#) indique également si, en général, l'estimation de la fraction massique d'amiante découlant de l'utilisation de l'ISO 22262-1 suffit à établir le statut réglementaire du matériau, ou si une quantification de l'amiante à l'aide de la présente partie de l'ISO 22262 est nécessaire. Il convient que l'analyste se réfère à l'[Annexe C](#) pour connaître les lignes directrices relatives aux possibles fractions massiques d'amiante observées dans des classes de produits spécifiques, ainsi que le mode opératoire d'analyse optimal pour obtenir un résultat fiable.

L'amiante n'a jamais été délibérément ajouté à aucune fin fonctionnelle dans les produits manufacturés d'origine commerciale contenant de l'amiante à des fractions massiques inférieures à 0,1 %. Par conséquent, si une ou plusieurs variétés d'amiante d'origine commerciale (chrysotile, amosite, crocidolite ou anthophyllite) sont détectées dans un produit manufacturé, il se peut que la fraction massique d'amiante dans le produit soit supérieure à 0,1 %. Ainsi, si la définition réglementaire d'un matériau contenant de l'amiante dans un domaine précis indique soit la « présence de tout amiante » soit une fraction massique supérieure à 0,1 %, alors la détection d'une ou de plusieurs variétés d'amiante d'origine commerciale dans un produit manufacturé reconnaissable définit automatiquement le statut réglementaire du matériau. Si la définition réglementaire indique 0,5 % ou 1 % et si la fraction massique d'amiante est estimée à moins d'environ 5 %, alors une quantification plus précise est nécessaire pour garantir le statut réglementaire du matériau.

La détection de trémolite, d'actinolite ou de richtérite/winchite dans un matériau ne permet pas d'émettre des hypothèses concernant la fraction massique d'amiante car ces variétés d'amiante n'ont, en général, pas été délibérément ajoutées dans les produits. Elles sont plutôt présentes sous formes de traces minérales dans certains des constituants utilisés pour fabriquer les produits. Étant donné que les variétés non asbestiformes des amphiboles ne sont soumises à aucune réglementation mondiale, il est également nécessaire de différencier les variétés asbestiformes des variétés non asbestiformes de ces minéraux. Dans les minéraux industriels, ces minéraux amphiboles se présentent sous forme de mélanges des deux variétés.

Il est impossible de spécifier un seul mode opératoire d'analyse pour tous les types de matériaux susceptibles de contenir de l'amiante car la gamme de matrices dans lesquelles l'amiante peut être incorporé est très vaste. Certains matériaux sont sujets à la réduction gravimétrique de la matrice, d'autres non.

Les exigences relatives à une quantification au-delà de celle atteinte dans l'ISO 22262-1 sont résumées dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Récapitulatif des exigences de quantification de l'amiante dans des échantillons solides

Type de matériau	Limite de contrôle réglementaire			
	«Tout amiante détecté»	Fraction massique > 0,1 %	Fraction massique > 0,5 %	Fraction massique > 1 %
Produit manufacturé d'origine commerciale	Si une quelconque variété d'amiante d'origine commerciale est détectée, aucune autre quantification n'est requise.		Si de l'amiante est détecté à une fraction massique estimée < 5 %, une quantification plus précise est requise pour établir le statut réglementaire du matériau.	
Autres matériaux	Si une quelconque variété d'amiante est détectée, aucune autre quantification n'est requise.	Si de l'amiante est détecté à une fraction massique estimée < 5 %, une quantification plus précise est requise pour établir le statut réglementaire du matériau.		

8 Appareillage et réactifs

8.1 Appareillage

8.1.1 Équipement de broyage des échantillons

Un mortier et pilon en agate, ou un broyeur, sont requis pour broyer les échantillons jusqu'à obtenir une taille appropriée pour le mesurage DRX. Cet équipement doit être utilisé dans une enceinte de confinement sous pression négative équipée de filtres HEPA ayant un débit de face minimal de 0,4 m/s.

8.1.2 Enceinte de confinement sous pression négative équipée de filtres HEPA

Une enceinte de confinement équipée de filtres HEPA ayant un débit de face minimal de 0,4 m/s est requise pour accueillir l'équipement de broyage des échantillons.

8.1.3 Balance analytique

Une balance analytique précise à 0,000 01 g (0,01 mg) ou moins est requise.

8.1.4 Four à moufle

Pour la calcination des échantillons pour éliminer les constituants organiques interférents, un four à moufle à 500 °C minimum, avec une stabilité de température de ± 10 °C, est requis.

8.1.5 Cuve à ultrason

Une cuve à ultrason est requise pour disperser les échantillons résiduels avant d'effectuer la filtration.

8.1.6 Dispositif de filtration en verre (25 mm de diamètre)

Un dispositif de filtration en verre équipé d'une fiole de filtration sous vide est requis.

8.1.7 Fournitures générales pour laboratoire

Les fournitures et l'équipement suivants, ou équivalents, sont requis:

- a) feuilles de papier cristal, environ 10 cm × 10 cm, pour l'examen des échantillons d'origine et des échantillons broyés;
- b) bécher à échantillons à usage unique en aluminium ou en plastique, de 3 cm à 5 cm de diamètre environ;
- c) outils d'échantillonnage, notamment pinces, aiguilles et autres;
- d) béchers coniques, 50 ml;
- e) béchers, 500 ml;
- f) fioles jaugées, 1 000 ml;
- g) boîtes de Pétri;
- h) pipettes à usage unique, 20 μ l, 100 μ l, 200 μ l, 400 μ l, 600 μ l, 1 ml et 2 ml;
- i) filtres en fibre de verre enduits de polytétrafluoroéthylène (PTFE), de 25 mm de diamètre.

8.1.8 Diffractomètre à rayons X

Un diffractomètre à rayons X utilisant la géométrie de Bragg-Brentano (para-focalisation) doit être équipé comme suit:

- a) tube à rayons X ayant une cible de cuivre, d'une puissance de 1,6 kW ou plus;
- b) centrifugeuse à échantillons pour améliorer la statistique des particules;
- c) filtre en nickel, monochromateur graphite ou autre optique de rayons X de résolution similaire ou supérieure pour obtenir un faisceau de rayons X monochromatiques (raie $\text{CuK}\alpha$);
- d) détecteur de rayons X à haute efficacité sensible à la position, par exemple détecteur à semi-conducteur sensible à la position.

NOTE En raison des faibles limites de détection requises, il n'est pas recommandé d'utiliser les anciens compteurs de scintillations ou proportionnels.

8.2 Réactifs

8.2.1 Eau distillée exempte de poussière.

8.2.2 Acide formique concentré, de qualité réactif.

8.2.3 Granulés d'hydroxyde de sodium, de qualité réactif.

8.2.4 Alcool isopropylique, de qualité réactif.

9 Méthode DRX quantitative et principe

9.1 Méthodes DRX quantitatives utilisant un étalon externe

Étant donné que l'intensité d'un pic DRX dépend de la quantité d'une substance cristalline présente dans un échantillon, la fraction massique d'une substance cristalline peut être déterminée en mesurant l'intensité de diffraction. Cependant, comme l'intensité de diffraction est influencée non seulement par la fraction massique des substances cristallines mais également par l'absorption des rayons X de l'échantillon lui-même, il convient de corriger l'intensité mesurée pour tenir compte de cette absorption pour pouvoir effectuer la quantification. Les méthodes DRX quantitatives connues pour corriger l'absorption d'échantillons pulvérulents sont la méthode de l'étalon interne et la méthode des ajouts dosés[5][6]. La précision analytique de ces méthodes est élevée pour la plupart des substances; cependant, la précision peut être affectée en cas de particules fibreuses telles que l'amiante car l'orientation des fibres varie considérablement, ce qui affecte l'intensité de diffraction. Une méthode de l'étalon externe utilisant un substrat étalon a été mise au point pour de petits échantillons pulvérulents. [7] Elle a été simplifiée en montant l'échantillon sur une feuille de cuivre et en mesurant l'intensité de diffraction depuis la feuille, avec et sans l'échantillon. Un facteur de correction peut ensuite être calculé à partir de l'atténuation observée du pic de diffraction depuis la feuille de cuivre.[8] Une autre méthode utilisant un filtre à membrane en argent, qui a remplacé la feuille de cuivre, a été développée.[9] Une technique a ensuite été mise au point pour placer un échantillon de particules en suspension prélevé sur un filtre en polycarbonate et pour redéposer les particules sur un filtre à membrane en argent[10][11][12]. Il a été établi qu'un échantillon fibreux déposé sur un filtre mince donnait une intensité de diffraction stable et reproductible en raison des fibres orientées parallèlement à la surface du filtre[13][14]. Un échantillon d'amiante filtré sur un filtre mince est placé sur une plaque de support en métal et les intensités de diffraction de l'amiante sur le filtre et la plaque de support en métal peuvent être mesurées car un filtre mince n'absorbe pas considérablement les rayons X. La technique utilisant à la fois un filtre à membrane d'esters mixtes de cellulose et une plaque de support en zinc a été mise au point pour mesurer les échantillons de quartz en suspension[15]. Ces méthodes DRX utilisant un filtre de support en métal ou un filtre mince sur une plaque de support en métal sont employées par plusieurs

organismes dans le cadre de l'analyse quantitative de l'amiante et de la silice cristalline^{[16][17][18][19]}. La méthode de correction de l'absorption de masse du substrat étalon est utilisée dans la présente partie de l'ISO 22262.

9.2 Résumé de la méthode quantitative

La méthode DRX spécifiée dans la présente partie de l'ISO 22262 est applicable à l'analyse quantitative de l'amiante dans des échantillons contenant de l'amiante identifiés par l'ISO 22262-1. Les intensités de diffraction observées de toutes les substances cristallines présentes dans un échantillon sont atténuées par l'effet de l'absorption des rayons X par la matrice d'échantillons. L'atténuation des intensités de diffraction d'une substance cristalline peut être corrigée à l'aide d'un facteur de correction, en se basant sur la réduction de l'intensité de diffraction du matériau du substrat étalon, comme indiqué dans l'[Annexe B](#). Les intensités de diffraction de l'amiante des courbes d'étalonnage illustrées dans l'[Annexe A](#) sont les intensités corrigées pour tenir compte de l'atténuation due à l'absorption des rayons X. Il convient que la masse de l'échantillon sur un filtre (2 cm²) soit inférieure à 15 mg^{[13][14]}. Pour les masses allant jusqu'à 15 mg, dans des conditions optimales, l'intensité de diffraction (intensité intégrale) mesurée de l'amiante peut descendre jusqu'à 0,01 mg/filtre (2 cm²)^{[13][14]}, à condition qu'aucun pic de rayons X interférents ou bruit de fond ne soit présent dans le matériau matriciel. Pour la quantification de l'amiante dans des matériaux solides selon la présente partie de l'ISO 22262, des méthodes de réduction gravimétrique de la matrice sont utilisées pour éliminer le plus possible de constituants matriciels de l'échantillon, de telle sorte que l'amiante présent est concentré à une fraction massique supérieure dans l'échantillon résiduel final.

Un résumé de la méthode quantitative est donné ci-dessous.

- a) Une quantité appropriée du sous-échantillon (0,5 g ou plus) est prélevée de l'échantillon d'origine dans lequel l'amiante a déjà été identifié par l'ISO 22262-1.
- b) L'échantillon est broyé et tamisé sur un tamis de 250 µm pour préparer un échantillon broyé. Il est nécessaire de broyer l'échantillon de cette façon pour obtenir des données de haute qualité par analyse DRX. Selon les matrices, notamment les constituants organiques, il peut être nécessaire de calciner l'échantillon avant de le broyer.
- c) Un sous-échantillon de 100 mg est prélevé de l'échantillon broyé et traité avec de l'acide formique et/ou par calcination, et le résidu est filtré sur un filtre à membrane, notamment un filtre en fibre de verre enduit de PTFE, un filtre en argent ou un filtre en polychlorure de vinyle (PVC). Après pesée, si le taux résiduel est inférieur à 15 %, l'échantillon résiduel filtré est utilisé pour l'analyse quantitative de l'amiante par la méthode DRX. Avant d'effectuer l'analyse quantitative, il est recommandé d'effectuer un balayage DRX pour examiner les intensités de diffraction de tout minéral amiante et également de vérifier si les pics de tous les autres minéraux de la matrice interfèrent avec celles-ci.

NOTE Pour certains échantillons composés de résidus de silicate de calcium, un traitement chimique à l'acide formique n'est pas toujours efficace et laisse plus de 15 % de résidus après traitement. Dans ce cas, un traitement alcalin utilisant une solution d'hydroxyde de sodium à 20 % permet de réduire la matrice. Le mode opératoire est décrit en [10.3](#).

- d) Si le taux résiduel dépasse 15 % après réduction de la matrice par calcination et traitement à l'acide formique ou à l'alcali, un sous-échantillon résiduel de 10 mg à 15 mg doit être prélevé de l'échantillon résiduel et transféré sur un filtre. La quantité maximale d'échantillon sur un filtre à membrane est limitée à 15 mg en raison de la limite de correction de l'absorption de masse.
- e) Lorsqu'une réduction de la matrice d'un échantillon broyé de 100 mg donne un échantillon résiduel de 10 mg (taux résiduel: 10 %), la méthode DRX peut donner une limite de détection (LOD) d'environ 0,01 % et une limite de quantification (LOQ) d'environ 0,03 %. Lorsque le taux résiduel est plus élevé, la LOD peut augmenter jusqu'à 0,1 % et la LOQ jusqu'à 0,3 %. Une LOQ d'environ 0,1 % est atteinte lorsque la réduction de la matrice donne un taux résiduel d'environ 30 %. Cependant, la LOD et la LOQ qui peuvent être obtenues pendant les analyses des matériaux de construction dépendent également du pic de rayons X choisi pour l'analyse et du fait que des pics de rayons X interférents ou un bruit de fond de haute intensité sont présents dans les matériaux matriciels.

9.3 Préparation de la courbe d'étalonnage et mesurage

Mesurer l'intensité de diffraction de la plaque de support en métal standard (zinc, aluminium, etc.) à laquelle est fixé un filtre vierge (même type de filtre que celui utilisé pour la préparation des courbes d'étalonnage).

Déposer les échantillons étalons d'amiante ([12.2](#), Note 1) sur les filtres entre 0,05 mg et 5 mg et placer chaque filtre sur une plaque de support en zinc standard. Les intensités de diffraction du zinc et de l'amiante sont ensuite mesurées pour chaque filtre.

L'intensité de diffraction d'une plaque de zinc à laquelle est fixé un filtre contenant de l'amiante sera atténuée par rapport à celle de la plaque de zinc à laquelle est fixé un filtre vierge. Grâce à ce taux d'atténuation, le facteur de correction K_f est calculé d'après la [Formule \(B.1\)](#). L'intensité de diffraction de l'amiante corrigée pour tenir compte de l'absorption est calculée d'après la [Formule \(B.2\)](#).

La courbe d'étalonnage est obtenue en représentant graphiquement les masses d'amiante comprises entre 0,05 mg/filtre (2 cm²) et 5 mg/filtre (2 cm²) sur l'axe des abscisses et les intensités de diffraction respectives de l'amiante corrigées pour tenir compte de l'absorption sur l'axe des ordonnées.

Pour le mesurage quantitatif de l'amiante dans un échantillon, la masse d'amiante (mg) correspondant à l'intensité de diffraction observée peut être obtenue en comparant l'intensité de diffraction de l'amiante corrigée pour tenir compte de l'absorption dans l'échantillon avec l'intensité indiquée sur la courbe d'étalonnage. La fraction massique d'amiante (%) est ensuite calculée d'après le rapport entre la masse d'amiante et la masse de l'échantillon d'origine, à savoir 100 mg.

9.4 Minéraux interférents

Avant d'effectuer l'analyse quantitative, il est nécessaire d'étudier s'il existe des minéraux interférents dont les pics de diffraction apparaissent au niveau ou à proximité de ceux du chrysotile ou de l'amphibole (voir le [Tableau 2](#)). Des contrôles précis des diagrammes de diffraction de pics potentiellement interférés peuvent établir l'existence de ces minéraux interférents. Lorsqu'un pic de diffraction d'un minéral interférent apparaît au niveau ou à proximité de celui utilisé pour le dosage de l'amiante, un traitement chimique (avec une solution acide et/ou alcaline) peut dissoudre efficacement ces minéraux interférents et également réduire la matrice. Si les minéraux interférents ne peuvent pas être éliminés efficacement avec ce type de traitement, il sera nécessaire d'utiliser un pic de diffraction secondaire de l'amiante pour la quantification (voir en [11.1](#) et [11.2](#)). Lorsqu'un pic secondaire est utilisé pour l'analyse quantitative, la limite de quantification du mesurage est parfois dégradée.

10 Préparation de l'échantillon broyé

Les différents modes opératoires de préparation de l'échantillon décrits dans l'ISO 22262-2 pour la quantification de l'amiante par MLP peuvent être également utilisés pour cette méthode DRX.

Le broyage de matériaux contenant de l'amiante est dangereux car il peut produire des fibres d'amiante en suspension. Par conséquent, la préparation d'échantillons doit être effectuée dans un appareil de confinement équipé de filtres HEPA.

10.1 Préparation de l'échantillon broyé à partir de l'échantillon d'origine

Préparer les échantillons broyés à partir des échantillons d'origine de la façon suivante.

- a) Les échantillons d'origine analysés par l'analyse qualitative de l'ISO 22262-1 sont réduits en poudre. Le mode opératoire de broyage doit être le suivant.
 - 1) Si l'échantillon d'origine est rigide, gratter la surface latérale du matériau avec un couteau ou un autre outil approprié. Obtenir environ 0,5 g de sous-échantillon avant de le placer dans un microniseur.