



**Etude de pré faisabilité pour  
l'extraction et l'identification de  
minéraux amiantifères dans des  
matériaux à forte cohésion en milieux  
naturels et en carrières**

Rapport « final »

BRGM/RP-66008-FR  
Décembre 2016



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**



# Etude de pré faisabilité pour l'extraction et l'identification de minéraux amiantifères dans des matériaux à forte cohésion en milieux naturels et en carrières

Rapport « final »

**BRGM/RP-66008-FR**  
Décembre 2016

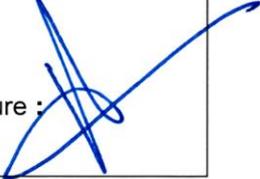
Étude réalisée dans le cadre des opérations de Service public du BRGM SRT-2015-action18  
et de la Convention de Recherche & Développement partagée entre le BRGM, l'UNPG et  
l'USIRF du 12 novembre 2015

**HAAS Hubert**

Avec la collaboration de

**J. Duron, G. Wille, C. Due, R. Dupuy, M. Alleki, D. Lahondère**

<p><b>Vérificateur :</b></p> <p>Nom : X. BOURRAT</p> <p>Responsable scientifique de programme</p> <p>Date :</p> <p>Signature : </p>
--

<p><b>Approbateur :</b></p> <p>Nom : H. GABORIAU</p> <p>Directeur de la Direction des Laboratoires</p> <p>Date :</p> <p>Signature : </p>
---

Le système de management de la qualité et de l'environnement est certifié par AFNOR selon les normes ISO 9001 et ISO 14001.

# Avertissement

**Mots-clés** : amiante, particules minérales allongées, PMA, carrière, granulat, amphibolite, amphibole, actinolite, fibre, microscopie,

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

**Haas H.** (2016) – Etude de préfaisabilité pour l'extraction et l'identification de minéraux amiantifères dans des matériaux à forte cohésion en milieux naturels et en carrières. Rapport final. BRGM/RP-66008-FR, 127 p., 51 ill., 11 tabl., 5 ann.

# Synthèse

## Contexte et objectifs

Le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie/Direction générale de la prévention des risques/Bureau du sol et du sous-sol (MEDDE/DGPR/BSSS) ainsi que l'UNPG (Union Nationale des Producteurs de Granulats) et l'USIRF (Union Syndicale de l'Industrie Routière Française) sont confrontés en 2013 à la problématique liée à la détection d'actinolite asbestiforme dans des granulats routiers.

Partant du constat qu'il n'existe à ce jour, aucune méthode permettant d'évaluer la capacité d'une roche à libérer et émettre des particules fibreuses ou des PMA<sup>1</sup>, le besoin d'établir un protocole d'essai a été considéré comme nécessaire. A la suite de la demande conjuguée du MEDDE, de l'UNPG et de l'USIRF, un projet a été confié au BRGM qui consiste à définir un protocole de préparation des échantillons de carrière dans le but d'identifier la présence de fibres d'amiante ou de particules minérales allongées (PMA) tels que définis dans la norme NF X 43-050 et dans le classement de l'OMS ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  ;  $L/D > 3$ ).

## Méthodologie proposée

Le programme proposé a donc pour objectif de valider la faisabilité d'un protocole opératoire visant à mettre en évidence la capacité d'un matériau à libérer des particules fibreuses ou des PMA. Le principe retenu est de provoquer dans des conditions opératoires maîtrisées et reproductibles les effets d'attrition et d'usure subis par un matériau. Il a été dénommé comme suit : Protocole pour l'Identification des Minéraux Amiantifères dans les matériaux de Carrière (PIMAC). Le protocole a été développé sur dix échantillons de carrière présentant des caractéristiques très différenciées.

L'utilisation et l'adaptation de l'essai normalisé dénommé micro-Deval (norme NF EN 1097-1) qui consiste à tester la résistance à l'usure par frottement des granulats est choisi comme base du protocole. L'étude porte sur la configuration de cet essai pour l'adapter aux objectifs de la présente étude. Il s'agit également de récupérer les poussières les plus fines générées par l'essai d'usure en pompant l'air contenu dans les jarres d'essai au travers d'un filtre permettant de capter les particules recherchées. Le filtre peut ensuite être préparé pour être analysé par un organisme accrédité procédant aux mesures d'empoussièrement selon des procédures normalisées :

- XP X 43-269 (prélèvement individuel) « Prélèvement sur filtre à membrane pour la détermination de la concentration en nombre de fibres par les techniques de microscopie : MOCP, MEBA et META » ;
- NF X 43-050 (prélèvement d'ambiance) « Détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission ».

---

<sup>1</sup> PMA : Particule Minérale Allongée

## Résultats et conclusions

Une procédure opératoire est définie pour les phases 1 : de traitement d'un matériau par attrition et 2 : de prélèvement des poussières sur un filtre :

- le protocole d'attrition confirme la mise en œuvre de l'appareillage micro-Deval, moyennant quelques adaptations des jarres d'essai. Après séchage, si besoin, de l'échantillon, avec une prise représentative de 2 ou 5 kg selon la classe granulométrique, une durée d'essai de 30 minutes, le matériau testé à sec, libère une quantité de particules fines suffisantes (de 1,5 à 4,5 % par rapport à la masse de la prise d'essai). Les analyses micro-granulométriques de ces poussières montrent que les  $\frac{3}{4}$  d'entre-elles ont une dimension inférieure à 20  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond aux caractéristiques recherchées.

- la phase de récupération des poussières met en œuvre une pompe raccordée à la jarre d'essai par l'intermédiaire d'une connexion rapide étanche. Une seconde connexion de même type est mise en place sur la face opposée de la jarre pour générer un flux d'air au sein du récipient. Un filtre est placé sur les deux connexions, l'un pour filtrer l'air entrant dans la jarre, l'autre pour filtrer l'air pompé depuis la jarre et chargé en particules.

- une période de repos de 10 à 15 minutes entre la fin de l'essai d'attrition et le début du pompage laisse le temps aux particules les plus grossières de sédimenter dans le récipient. Les particules sont captées sur un filtre avec un diamètre de pores de 0,45  $\mu\text{m}$ , disposé dans une cassette modifiée pour avoir une chambre de dispersion permettant d'obtenir un dépôt homogène sur le filtre.

Les observations effectuées au microscope électronique à balayage analytique (MEB-A) sur les poussières captées par les filtres montrent une corrélation sans équivoque entre la présence de minéraux aciculaires ou fibreux dans le matériau et la présence, dans les poussières collectées, de fibres ou de PMA. En revanche, l'abondance de fibres ou de PMA ne peut être déduite de la simple présence en plus ou moins grande quantité de minéraux susceptibles de générer des PMA ou des fibres. Il en est de même de la morphologie des fibres ou PMA générés par l'essai, qui ne se déduit pas à partir de la morphologie de ces minéraux au sein de la roche. Le test négatif est également sans équivoque : il n'y a pas de fibre classée dans un matériau qui ne contient pas les phases à risque.

Ces observations montrent que l'essai d'attrition se définit comme un test d'émissivité d'un échantillon en particules nocives et que cette émissivité en particules amiantifères ou en fragments de clivage assimilables au sens de la norme NF X 43-050 et de l'OMS ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  ;  $L/D > 3$ ), ne peut être uniquement déduite par la présence ou non de ces minéraux au sein de la matrice initiale tant sur le plan quantitatif que qualitatif.

Enfin, précisons que ce test est conduit dans des conditions de santé/sécurité totalement maîtrisées pour l'opérateur.

## Perspectives

Les travaux réalisés dans le cadre de ce projet montrent que plusieurs points méritent des investigations supplémentaires :

- Tester la procédure dans des domaines autres que les carrières et sur des matériaux dans des contextes géologiques différents connus par ailleurs pour leurs occurrences amiantifères.
- La phase concernant la préparation des filtres d'analyses devra faire l'objet de développements méthodologiques et métrologiques complémentaires. Le protocole mis en

œuvre dans le cadre du projet est long et coûteux. Il s'agira d'optimiser cette opération en garantissant la fiabilité du processus.

- Les procédures définies dans la norme NF X 43-050, bien adaptées pour des échantillons avec des fibres d'amiantes sensu stricto montrent leurs limites pour des matrices complexes avec des formes minéralogiques différentes. Il s'agira, en particulier, de proposer une procédure opératoire adaptée pour des analyses au MEB-A<sup>2</sup>.
- Le domaine de la métrologie de l'amiante et des fragments de clivage : la diagnose doit être réalisée sur deux critères, la morphologie des particules et leur composition minéralogique/chimique. Ce sujet pose, en particulier le problème des limites analytiques actuelles et celui de la disponibilité d'échantillons de référence. Il met également en évidence la nécessité de définir des seuils en relation avec les résultats de l'évaluation des effets sanitaires des fragments de clivage (cf. les travaux de l'ANSES).

---

<sup>2</sup> MEB-A : Microscope Electronique à Balayage Analytique



# Sommaire

<b>1. Introduction.....</b>	<b>13</b>
1.1. CONTEXTE .....	13
1.2. CONSTRUCTION ET OBJET DU PROJET .....	14
1.1.1. Construction du projet.....	14
1.1.2. Objet du projet .....	15
1.3. METHODOLOGIE.....	15
<b>2. Matériaux utilisés pour tester la méthode.....</b>	<b>17</b>
2.1. ORIGINE DES MATERIAUX.....	17
2.2. REFERENCEMENT DES MATERIAUX .....	17
2.3. DESCRIPTION DES ECHANTILLONS DE MATERIAUX.....	18
<b>3. Principe et paramétrage initial de la méthode .....</b>	<b>33</b>
3.1. PRINCIPE DE LA METHODE « PIMAC » .....	33
3.2. PARAMETRAGE DE L'ESSAI D'ATTRITION .....	36
3.2.1. Machine et jarres micro-Deval.....	36
3.2.2. Taux de remplissage des jarres micro-Deval .....	37
3.2.3. Durée de l'essai .....	37
3.3. METHODE DE TRAVAIL MISE EN ŒUVRE .....	38
<b>4. Mise au point et paramétrage de l'essai d'attrition .....</b>	<b>39</b>
4.1. PARAMETRAGE DE L'ESSAI D'ATTRITION AVEC L'ECHANTILLON DE GRANODIORITE .....	39
4.2. MISE EN ŒUVRE DU TEST D'ATTRITION SUR L'ENSEMBLE DES ECHANTILLONS DISPONIBLES .....	41
4.3. ANALYSE DETAILLEE DE LA FRACTION GRANULOMETRIQUE INFERIEURE A 63 µm PRODUITE AU COURS DE L'ESSAI D'ATTRITION.....	45
4.4. COMPARAISONS DES RESULTATS DE L'ESSAI D'ATTRITION AVEC CEUX OBTENUS AU COURS D'UN BROYAGE OU D'UN ESSAI MICRO-DEVAL ...	47
4.4.1. Comparaison avec le concassage .....	47
4.4.2. Comparaison avec l'essai micro-Deval .....	49
4.4.3. Conclusion des essais comparatifs .....	50

4.5. CONCLUSION ET BILAN DE LA PHASE DE PARAMETRAGE DE L'ESSAI D'ATTRITION .....	50
<b>5. Paramétrage de l'extraction et de la récupération des produits de l'attrition..</b>	<b>53</b>
<b>6. Validation par l'analyse et la caractérisation des filtres de prélèvement .....</b>	<b>59</b>
6.1. PREPARATION DES FILTRES POUR OBSERVATION EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ANALYTIQUE (MEB-A) .....	60
6.2. RESULTATS DES OBSERVATIONS SOUS MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ANALYTIQUE (MEB-A) .....	61
<b>7. Bilan SECURITE de la méthode.....</b>	<b>69</b>
7.1. NETTOYAGE DE LA JARRE ET RECUPERATION DES MATERIAUX .....	69
7.2. BILAN SECURITE DE LA METHODE .....	70
<b>8. Conclusions et perspectives de la méthode .....</b>	<b>73</b>
8.1. DEFINITION DE L'ESSAI D'ATTRITION .....	73
8.2. EXTRACTION ET RECUPERATION DES PARTICULES FINES PRODUITES AU COURS DE L'ESSAI D'ATTRITION .....	73
8.3. VALIDATION DES RESULTATS .....	74
8.4. BILAN GLOBAL DU PROTOCOLE.....	74
8.5. PERSPECTIVES .....	75
<b>9. Bibliographie .....</b>	<b>76</b>

## Liste des figures

<i>Illustration 1 - Texture et minéralogie de l'échantillon GRAN</i> ,.....	19
<i>Illustration 2 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM1</i> :.....	20
<i>Illustration 3 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM2</i> :.....	21
<i>Illustration 4 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM3</i> :.....	23
<i>Illustration 5 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM4</i> :.....	24
<i>Illustration 6 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM5</i> :.....	26
<i>Illustration 7 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM6</i> :.....	28
<i>Illustration 8 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM7</i> :.....	29
<i>Illustration 9 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM8</i> :.....	30
<i>Illustration 10 - Texture et minéralogie de l'échantillon GACO</i> : .....	32
Illustration 11 – Appareillage micro-Deval : machine d'essai (a) - Gros plan sur une jarre de tests (b).....	33
Illustration 12 – Schéma de principe du test PIMAC lors de la phase de prélèvement des poussières en aérosols au sein de la jarre.....	34
Illustration 13 – Schéma de modification des jarres micro-Deval pour l'essai PIMAC .....	35
Illustration 14 – Mouvement d'attrition d'un échantillon au sein de la jarre micro-Deval .....	36
Illustration 15 – Essais préalables pour l'estimation de la durée du test : production de fines inférieures à 50 µm au sein de la jarre micro-Deval, mises en dans l'eau : pour une durée de 2 heures (b) et de 1 heure (c). Aspect de l'échantillon à la fin du test d'attrition (a). .....	37
Illustration 16 – Les granulats avant(a) et après essai d'attrition (b) ; aspect en fin d'essai avec les fines produites au cours de l'essai (c) et même échantillon après lavage (d) (GRAN) ( les grandissements photographiques sont approximativement les mêmes) ..	40
Illustration 17 – Fractions 2 mm – 63 µm (a) et inférieure à 63 µm (b) produites au cours de l'essai (GRAN) .....	40
Illustration 18 – Machine micro-Deval en fonctionnement avec une jarre (a) ou deux jarres (b) 42	
Illustration 19 – Quelques exemples d'échantillons après le test d'attrition :.....	43
Illustration 20 – Courbes de répartition granulométrique de la fractions inférieure à 63 µm produites au cours de l'essai : par sédimentation (a) et par diffractométrie laser (b) .....	45
Illustration 21 – Comparaison entre les courbes de répartition granulométrique de la fractions inférieure à 63 µm produites au cours des essais d'attrition « PIMAC » (a) et le même matériau concassé (b) .....	48
Illustration 22 – Schéma de principe pour le prélèvement des poussières au sein de la jarre après la phase d'attrition.....	53
<i>Illustration 23 – Schéma de positionnement du couvercle de la jarre</i> .....	54
Illustration 24 – Installation de pompage des particules contenues dans la jarre : au début des tests (a) et dans sa configuration finale (b) .....	55
Illustration 25 – Cassettes de prélèvement : (a) cassettes initiales en styrène simple et « ralongée » et (b) cassette finale en polypropylène chargé en carbone avec entretoise en aluminium (chambre de dispersion).....	56
Illustration 26 – Aspect des filtres : (a) situations initiales avec un débit de pompage à 7l/min + cassette courte puis avec un débit de 4 l/min + cassette avec chambre de dispersion	

et (b) situation finale avec un débit de 3 l/min et une cassette en polypropylène chargé en carbone et entertoire en aluminium .....	56
Illustration 27 – Aspect des premiers filtres observés au MEB : (a) forte densité de particules et (b) finesse des particules .....	60
Illustration 28 – (a) Disques de graphite pré-polis : à gauche vierge - à droite chargé.....	61
Illustration 29 – (a) Particules sur le filtre de prélèvement .....	61
Illustration 30 – Particules des échantillons GRAN et PMI1 .....	64
Illustration 31 – Particules des échantillons PIM2 et PIM3.....	65
Illustration 32 – Particules des échantillons PIM4 et PIM5.....	66
Illustration 33 – Particules des échantillons PIM6 et PIM7.....	67
Illustration 34 – Particules des échantillons PIM8 et GACO .....	68
Illustration 35 – Schéma (a) et photo (b) de l'installation pour le remplissage d'eau de la jarre69	
Illustration 36 – Résidu d'échantillon après essai d'attrition (a) et granulats lavées (b) .....	70
Illustration 37 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	108
Illustration 38 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	109
Illustration 39 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	110
Illustration 40 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	111
Illustration 41 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	112
Illustration 42 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	113
Illustration 43 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	114
Illustration 44 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	115
Illustration 45 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	116
Illustration 46 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS .....	117
Illustration 47 – Shéma de modification des jarres micro-Deval .....	120
Illustration 48 – Vue du couvercle de la jarre avec ses perçages en diamètre 12 mm, la vis de fermeture avec son joint et le raccord rapide de type « air comprimé ».....	120
<i>Illustration 49 – Schéma de montage du couvercle de la jarre .....</i>	<i>121</i>
<i>Illustration 50 – Schéma et présentation du montage des cassettes et du raccordement à la pompe .....</i>	<i>122</i>
<i>Illustration 51 – Illustration du montage de remplissage de la jarre avec de l'eau .....</i>	<i>123</i>

## Liste des tableaux

Tableau 1 – Taux de la fraction inférieure à 2 mm produits au cours de l'essai (GRAN à 100 t/min)	39
Tableau 2 – Taux de la fraction inférieure à 63 µm produits au cours de l'essai (GRAN à 100 t/min)	39
Tableau 3 – Taux de la fraction inférieure à 2 mm et inférieure à 63 µm produits au cours des essais sur l'ensemble des échantillons avec la classe granulaire 10-14 mm ....	42
Tableau 4 – Taux de la fraction inférieure à 2 mm et inférieure à 63 µm produits au cours des 20 essais sur l'ensemble des échantillons : taux minimal et maximal pour chaque classe granulaire .....	42
Tableau 5 – Taux de la fraction supérieure à 63 µm et inférieure à 2 mm produits au cours des essais : valeur minimale et maximale pour les 40 essais.....	44
Tableau 6 – Caractéristiques de la répartition granulométrique de la fraction inférieure à 63 µm produite au cours de l'essai .....	46
Tableau 7 – Caractéristiques de la répartition granulométrique de la fraction inférieure à 63 µm produite au cours de l'essai .....	46
Tableau 8 – Comparaison entre les taux des fractions inférieures à 2 mm, 63 µm, 20 µm, 10 µm, 5 µm et 2 µm produits au cours des essais d'attrition « PIMAC » et le même matériau concassé.....	48
Tableau 9 – Comparaison entre les taux des fractions inférieures à 2 mm produits au cours des essais d'attrition « PIMAC » et le coefficient micro-Deval du même matériau..	49
Tableau 10 – Masse de poussières prélevées sur les filtres .....	57
Tableau 11 – Comparaison entre les observations macro et microscopiques sur lames minces et les résultats obtenus sur les poussières recueillies après l'essai d'attrition .....	62

## Liste des annexes

Annexe 1 BRGM, programmation SRT 2015 – Action 18.....	77
Annexe 2 Courrier de la DGPR au BRGM du 14/11/2014 .....	81
Annexe 3 Convention de Recherche & Développement partagée entre le BRGM, l'UNPG et l'USIRF du 12/11/2015.....	85
Annexe 4 Résultats complémentaires des observations sous microscopie électronique (MEB-A)107	
Annexe 5 Procédure opératoire détaillée de la mise en œuvre du protocole « PIMAC » .....	119



# 1. Introduction

## 1.1. CONTEXTE

Dans une carrière, sur un chantier BTP, dans un affleurement rocheux naturel ou artificiel, la présence de minéraux amiantifères dans le matériau est susceptible de libérer des fibres ou des particules minérales allongées. Ces particules sont dispersées dans l'atmosphère en raison des traitements et manipulations mécaniques ou en raison de l'utilisation des matériaux sous forme de remblais et de couches de roulement pour les routes et les chemins ainsi que par dégradation et érosion météorique.

Le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) saisi de la problématique de la présence d'actinolite asbestiforme dans des granulats routiers, a demandé au BRGM en 2013 de réaliser une expertise portant sur les carrières de la France métropolitaine susceptibles d'extraire et de mettre sur le marché des matériaux de carrière au potentiel amiantifère. Ces expertises ont été menées par le BRGM en 2013 et 2014, pour le compte du MEDDE/DGPR/BSSS<sup>3</sup> sur les carrières de France métropolitaine, et ont identifiés 42 d'entre elles susceptibles d'exploiter et/ou de rencontrer au cours de leur évolution des matériaux contenant des minéraux classés amiantifères<sup>4</sup>.

Les particules à caractère fibreux sont principalement de l'actinolite ou de l'actinolite-amiante et les critères qui ont conduits au classement « amiantifère » des particules sont ceux définis dans la norme NF X 43-050 et dans le classement de l'OMS<sup>5</sup> ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  ;  $L/D > 3$ ). La présence de ces particules, susceptibles d'être libérées au cours du processus d'exploitation de la carrière, mais aussi durant la mise en œuvre des matériaux de type granulats issus de ces exploitations, peut présenter un danger dans l'environnement des postes de travail pour les salariés évoluant sur ces chantiers (réglementation du Code du travail) et dans l'environnement de l'espace public (réglementation du Code de la santé public). La réglementation en vigueur positionne 6 minéraux sous le vocable « amiante » : le chrysotile, l'actinolite-amiante, l'anthophyllite-amiante, la trémolite-amiante, l'amosite et la crocidolite. Cependant ces minéraux peuvent également être présents dans des roches sous une forme non asbestiforme. Ils peuvent être libérés par contrainte mécanique sous forme de fragments de clivage et donc être à l'origine de particules minérales allongées (PMA) qui, en raison de leurs caractéristiques morphologiques, peuvent être assimilés à des fibres d'amiante par les laboratoires d'analyse. Même si aucune réglementation ne positionne les PMA dans le domaine des amiantes, le rapport de l'ANSES<sup>6</sup> de décembre 2015<sup>7</sup> conclut que :

*- En l'état actuel des connaissances sur les effets sanitaires, les fragments de clivage des amphiboles non asbestiformes d'actinolite, d'anthophyllite, de trémolite, de grunérite et de riébeckite répondant aux critères dimensionnels des fibres « OMS » ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  et  $L/D > 3$ ) ne doivent pas être distingués de leurs homologues asbestiformes (actinolite-amiante, anthophyllite-amiante, trémolite-amiante amosite et crocidolite) ;*

<sup>3</sup> MEDDE/DGPR/BSSS : Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie/Direction générale de la prévention des risques/Bureau du sol et du sous-sol

<sup>4</sup> Lahondère D. (2014). Exposition aux fibres asbestiformes dans les industries extractives : Expertise de 50 sites potentiellement concernés - Rapport final - BRGM/RP-62699-FR - Septembre 2014

<sup>5</sup> Organisation Mondiale de la Santé

<sup>6</sup> ANSES : Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail

<sup>7</sup> ANSES - Rapport de la saisine n°2014-SA-0196 – Effets sanitaires et identification des fragments de clivage d'amphiboles issus des matériaux de carrière – octobre 2015 Révisé en novembre 2015

- *Des effets sanitaires similaires à ceux de l'amiante sont démontrés pour d'autres PMA calciques et calco-sodiques, présentes sous forme de mélange de particules asbestiformes et non asbestiformes : la fluoro-édénite, classée agent cancérigène pour l'Homme par le CIRC en novembre 2014 (groupe I) et la winchite et la richtérite, constituants majoritaires des amphiboles de Libby (Montana – USA), classées cancérigènes pour l'Homme par l'US EPA en décembre 2014 ;*
- *Il n'existe actuellement pas de données spécifiques sur les effets sanitaires pour les autres PMA calciques et calco-sodiques ;*
- *Il n'y a pas lieu de faire la distinction entre les fragments de clivage répondant aux critères dimensionnels des fibres « OMS » ( $L > 5 \mu\text{m}$  ;  $D < 3 \mu\text{m}$  et  $L/D > 3$ ) et les fibres asbestiformes des PMA calciques et calco-sodiques, en particulier en raison des incertitudes et des difficultés liées à leur caractérisation et à leur différenciation par les méthodes d'analyse utilisées en routine.*

Cependant la note 14-906 du Directeur général du travail, en date du 12 décembre 2014, qui vise à préciser le cadre juridique applicable aux travaux sur des matériaux de BTP contenant de l'amiante ou des fragments de clivage issus de matériaux naturels, reste applicable malgré son antériorité par rapport au rapport de l'ANSES.

Au-delà de la validation de la présence dans les facies rocheux de minéraux amiantifères de morphologie aciculaire ou non, il est important d'en qualifier leur impact dans l'environnement d'une carrière ou d'un chantier BTP. Il s'agit de déterminer, la capacité d'un matériau rocheux contenant des minéraux des groupes des serpentines et amphiboles, à libérer des particules (fibres ou fragments de clivage), et susceptible de mettre en danger le personnel concerné.

Partant du constat qu'il n'existe, à ce jour, aucune méthode permettant d'évaluer la capacité d'une roche à libérer et émettre des particules fibreuses ou des PMA, le besoin d'établir un protocole d'essai était considéré comme nécessaire. Sur proposition du BRGM un projet a été établi dans ce sens en concertation avec le MEDDE/DGPR/BSSS, des membres de l'UNPG<sup>8</sup> et des intervenants du GTNAF<sup>9</sup>.

## **1.2. CONSTRUCTION ET OBJET DU PROJET**

### **1.1.1. Construction du projet**

Les grandes lignes techniques et les objectifs du projet ont été présentés pour la première fois le 3 juin 2014 au cours d'une réunion de travail regroupant des représentants du MEDDE et du Ministère du travail, de l'UNPG, de l'ANSES, du BRGM, de l'INRS et du LEPI. Le montage technique et l'évaluation budgétaire ont été réalisés en septembre et octobre 2014. A l'automne 2014 le projet est accepté sur son principe et sur les bases techniques présentées au cours des réunions du GTNAF des 11 juillet et 23 septembre 2014. Dans le prolongement de ces deux présentations, il a été acté que le projet bénéficierait d'une part d'un financement via la SCSP<sup>10</sup> du MEDDE au BRGM et d'autre part d'un financement conjoint de l'UNPG et de l'USIRF<sup>11</sup>. Une

---

<sup>8</sup> UNPG : Union Nationale des Producteurs de Granulats

<sup>9</sup> GTNAF : Groupe de travail national « Amiante et fibres »

<sup>10</sup> SCSP : Subvention pour charge de service public

<sup>11</sup> USIRF : Union Syndicale de l'Industrie Routière Française

présentation du projet a été effectuée le 4 novembre 2014 au siège de l'UNICEM, à la journée d'information UNICEM-UNPG.

L'acceptation de principe de la participation financière au projet de l'UNPG et de l'USIRF a été notifiée au BRGM par mail du Secrétaire général de l'UNPG (M. Arnaud HETROIT) en date du 29 septembre 2014. Cette participation a été concrétisée par la signature d'une convention de recherche partagée entre le BRGM, l'UNPG et l'USIF en date du 12 novembre 2015. Ce financement a permis de couvrir les dépenses du projet pour l'année 2016.

L'acceptation et la validation officielle du début du projet par le MEDDE ont été notifiées au BRGM par courrier de la Directrice Générale de la prévention des risques (Mme Patricia BLANC) au Président du BRGM (M. Vincent LAFLECHE) en date du 14 novembre 2014. La convention autorisant le démarrage des actions de la SCSP 2015 a été validée le 29 janvier 2015. Le projet faisant l'objet du présent rapport y est inscrit au titre de l'action 18 avec le SRT. Le financement ainsi dégagé a permis de couvrir les dépenses du projet pour l'année 2015.

### **1.1.2. Objet du projet**

La demande du MEDDE, reprise par l'UNPG et l'USIRF, porte sur *la définition d'un protocole d'essai qui doit permettre d'apporter une garantie sur la qualité des matériaux produits par des carrières susceptibles de contenir des filons d'amiante.*

## **1.3. METHODOLOGIE**

Le programme proposé a donc pour objectif de valider la faisabilité d'un protocole opératoire visant à mettre en évidence la capacité d'un matériau à libérer des particules fibreuses ou des PMA. Le principe retenu est de provoquer artificiellement les effets de frottements et d'usures subits par un matériau. Il a pour objectif de reproduire les agressions mécaniques produites au cours des processus d'extraction, de traitement ou d'érosion. La méthodologie proposée doit permettre la libération des particules minérales identifiées et présentes dans le matériau et de prélever ces particules sur un support adapté afin de procéder à leur identification par des moyens reconnus et normés.

Le procédé doit pouvoir être mis en œuvre aisément dans le contexte d'une exploitation ou d'un laboratoire d'essai, tout en respectant les contraintes de la réglementation « amiante » en termes de sécurité et d'exposition aux risques des opérateurs. Ce protocole doit enfin pouvoir être mis en œuvre en amont de l'exploitation dans une carrière ou avant le démarrage d'un chantier BTP.

Les métiers et, les moyens techniques et scientifiques mis en œuvre par, d'une part les professionnels des carrières et des BTP et, d'autre part par les professionnels des prélèvements et analyses des poussières d'amiante sont très différents. Dans la présente étude, l'approche sera donc orientée vers des moyens existants dans les deux domaines pour les adapter aux objectifs recherchés.

Deux étapes sont programmées :

- Provoquer artificiellement une usure par frottement entre des éléments de roche et provoquer la libération de particules fines. Cette opération permettra la libération de fines susceptibles de contenir des particules asbestiformes et des PMA. Les producteurs et les utilisateurs de granulats mettent en œuvre un essai normalisé dénommé micro-Deval (norme NF EN 1097-1). Il s'agit d'un protocole dont l'objet est de tester la résistance à l'usure par frottement des

granulats. Le résultat est exprimé sous la forme d'un coefficient appelé coefficient micro-Deval. L'échantillon est soumis à l'essai en présence d'une charge de billes en acier et, en règle générale, en présence d'eau, mais l'essai peut également être effectué à sec. Cet essai est réalisé dans des jarres étanches en inox et l'appareillage s'y rapportant est largement répandu dans les carrières et les laboratoires BTP. L'étude portera sur la configuration de cet essai pour l'adapter aux objectifs de la présente étude.

- Récupérer les poussières les plus fines générées par l'essai d'usure et les analyser afin de déterminer la présence de particules asbestiformes et/ou de PMA. Les organismes accrédités procédant aux mesures d'empoussièrement appliquent des procédures normalisées : norme XP X 43-269 (prélèvement individuel) « Prélèvement sur filtre à membrane pour la détermination de la concentration en nombre de fibres par les techniques de microscopie : MOCP, MEBA et META » et NF X 43-050 (prélèvement d'ambiance) « Détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission ». Ces deux normes mettent en œuvre des appareillages et procédures opératoires présents dans la majorité des laboratoires accrédités pour le prélèvement et/ou l'analyse de l'amiante. L'étude permettra de déterminer si les principes fondamentaux de ces méthodes utilisés pour récupérer les fines produites et identifier des particules asbestiformes éventuellement présentes sont applicables dans des conditions satisfaisantes par rapport aux exigences réglementaires.

La robustesse de la méthode et la garantie de résultat reposent sur :

- L'utilisation d'appareillages largement présents dans les différents domaines techniques et parfaitement maîtrisés, ne nécessitera que peu d'adaptation de la part des professionnels et des matériels et appareillages mis en œuvre.
- La garantie d'une analyse, identification des fibres d'amiante, conforme aux normes et à la réglementation actuelle et future sur les risques liés à l'amiante.
- la définition d'un mode opératoire simple à mettre en œuvre par les différents professionnels.
- La maîtrise du risque « amiante » pour l'ensemble des opérateurs du protocole grâce à un confinement des échantillons tout au long de la chaîne de travail.

L'ensemble du protocole opératoire sera dénommé « Protocole pour l'Identification des Minéraux Amiantifères dans les matériaux de Carrière (PIMAC) ».

## 2. Matériaux utilisés pour tester la méthode

### 2.1. ORIGINE DES MATERIAUX

Pour le projet nous avons sollicité les adhérents de l'UNPG<sup>11</sup> pour disposer d'un ensemble d'échantillons représentatifs des différentes typologies de roches pouvant être à l'origine de particules fibreuses amiantifères ou de fragments de clivage assimilables au sens de la norme NF X 43-050 et de l'OMS ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  ;  $L/D > 3$ ).

Une demande a été adressée à l'UNPG avec une liste de 11 carrières ciblées pour la typologie des matériaux exploités. Au total 8 carrières ont répondu positivement et nous ont transmis des lots d'échantillons.

Par ailleurs, deux échantillons ont été récupérés par nos propres moyens :

- une granodiorite (échantillon test négatif) en provenance d'une carrière de l'ouest de la France, pour la réalisation de tests sans présence de minéraux des groupes des serpentines ou amphiboles,
- une serpentine (échantillon test positif) originaire de Canari en Corse, pour tester la méthode en présence d'une roche contenant du chrysotile exprimé.

Finalement nous avons disposé de 10 échantillons de provenances différentes et de compositions variées, permettant de couvrir les différents faciès rocheux recherchés :

- 1 granodiorite
- 1 amphibolite rétro-morphosée
- 1 mélange de gneiss et d'amphibolite
- 2 amphibolites à hornblende
- 2 amphibolites à actinolite
- 2 dolérites hydrothermalisées
- 1 serpentine à chrysotile

Outre les origines et les compositions différentes, il a été demandé des produits de qualités et de calibres différents. Aussi avons-nous disposé de blocs 10-20 cm et de granulats de différents calibres en fonction des carrières.

Les matériaux non disponibles dans les calibres recherchés pour les essais ont pu être préparés dans nos laboratoires par concassage et criblage.

### 2.2. REFERENCEMENT DES MATERIAUX

Pour des raisons de confidentialité, le référencement des matériaux a été rendu anonyme par rapport à leurs origines et aux carrières qui ont acceptées de fournir des produits dans le cadre

du présent projet. **Au total près de 2 tonnes de matériaux sont ainsi disponibles pour le projet.**

Les références des échantillons tels qu'ils seront présentés dans le présent rapport seront donc les suivantes :

- |  |                |
|--|----------------|
| - 1 granodiorite                       | : GRAN         |
| - 1 amphibolite rétro-morphosée        | : PIM1         |
| - 1 mélange de gneiss et d'amphibolite | : PIM2         |
| - 2 amphibolites à hornblende          | : PIM3 et PIM4 |
| - 2 amphibolites à actinolite          | : PIM5 et PIM6 |
| - 2 dolérites hydrothermalisées        | : PIM7 et PIM8 |
| - 1 serpentine à chrysotile            | : GACO         |

### **2.3. DESCRIPTION DES ECHANTILLONS DE MATERIAUX**

Pour chaque lot d'échantillons réceptionné, une observation macroscopique et sous loupe binoculaire a été effectuée. Ces observations ont été complétées par la réalisation d'une lame mince polie sur un prélèvement représentatif du lot.

Il s'agissait principalement de définir la nature de la roche et d'identifier les minéraux présents ainsi que de confirmer la présence ou l'absence des minéraux ciblés dans le cadre du projet (amphiboles, hornblende, actinolite, chrysotile). Une attention particulière a également été portée quant à la morphologie de ces minéraux au sein des différentes roches pour faire le lien avec les observations qui seront réalisées sur les poussières provenant de ces mêmes roches à l'issue de l'essai de d'usure.

Les échantillons disponibles pour tester le protocole opératoire présentent la diversité recherchée : la présence plus moins abondante des amphiboles dans les roches, des morphologies variées avec d'une part des formes massives et compactes, et d'autre part des formes aciculaires, fibreuses et effilochées. De même, les minéraux dispersés ou au contraire en amas et gerbes, des cristaux isolés ou inclus dans d'autres minéraux, devraient permettre d'obtenir des résultats différenciés quant à la capacité d'un matériau à libérer des PMA ou des fibres.

Ce travail est illustré par les descriptifs détaillés et les planches photos présentés dans les pages suivantes : photos macroscopiques des échantillons et images réalisées sous loupe binoculaire et sous microscope en lumière polarisée non analysée et en lumière polarisée analysée.

## **Echantillon GRAN : Granodiorite**

La composition du matériau confirme qu'il s'agit bien d'une granodiorite constituée majoritairement de plagioclases, de quartz et de biotites  $\pm$  chloritisées. Accessoirement, des minéraux opaques et des grains d'apatite sont également observés.

**Aucune présence d'amphibole n'a été remarquée dans cette lame mince.**



*vue macroscopique (a) et sous loupe binoculaire(b)*

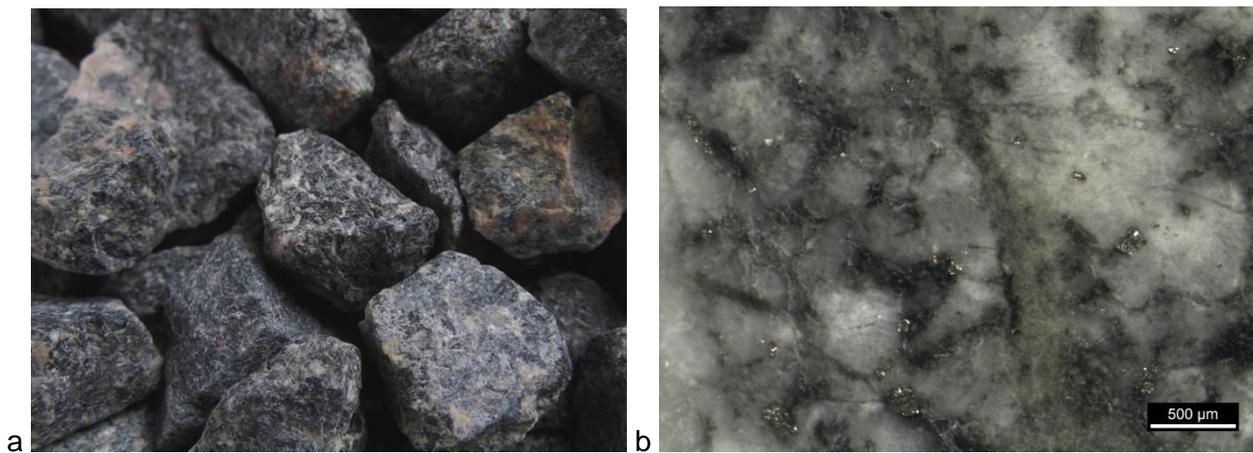
*Illustration 1 - Texture et minéralogie de l'échantillon GRAN,*

*Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (c) et en lumière polarisée analysée (d):  
association de quartz, plagioclase et biotite*

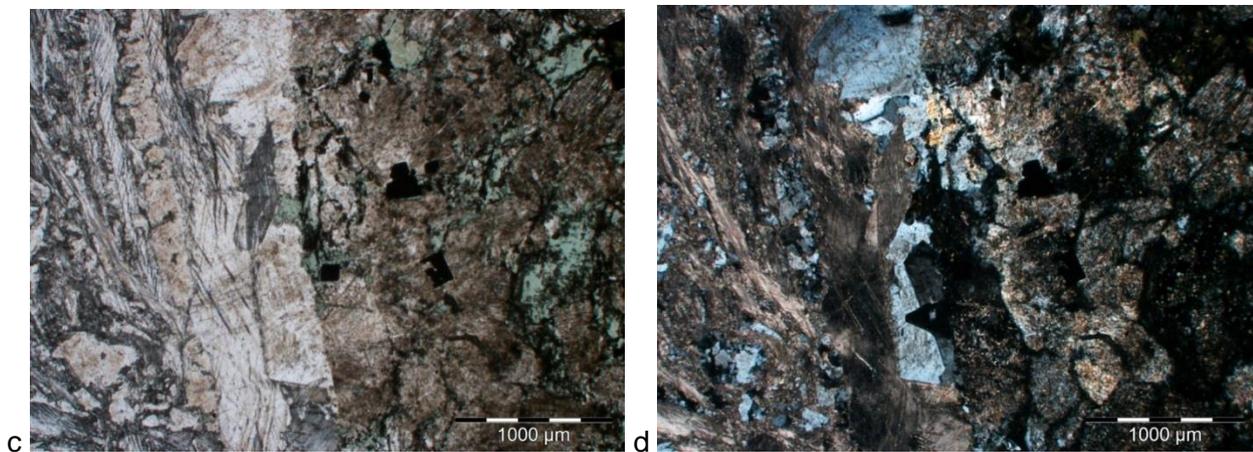
## **Echantillon PIM1 : Amphibolite rétro-morphosée**

Le matériau est une ancienne amphibolite qui a été totalement rétro-morphosée. Il est essentiellement constitué par de la chlorite (produit d'altération des amphiboles), des plagioclases séricitisés, des grains de quartz et d'épidote ainsi que des minéraux opaques (telle que la pyrite). Par ailleurs, les fractures centimétriques observées dans cet échantillon sont remplies de calcite.

**Aucune présence d'amphibole n'a été remarquée dans cette lame mince.**



*vue macroscopique (a) et sous loupe binoculaire (b)*



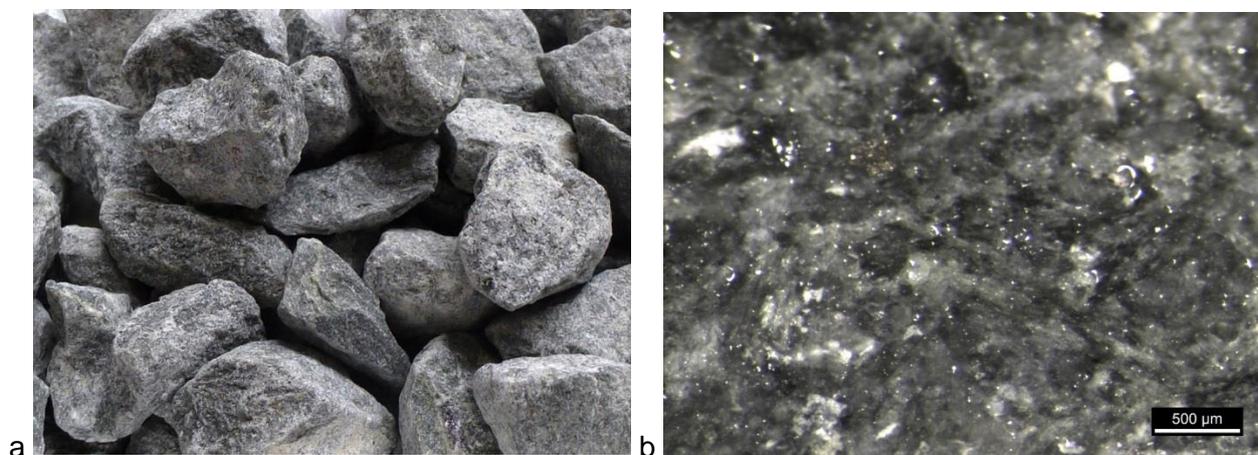
*Illustration 2 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM1 :*

*Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (c) et en lumière polarisée analysée (d):  
Vue générale de l'amphibolite totalement rétro-morphosée à droite des images (association de plagioclases séricitisés, de chlorite et de minéraux opaques) et fracture remplie de calcite à gauche des images*

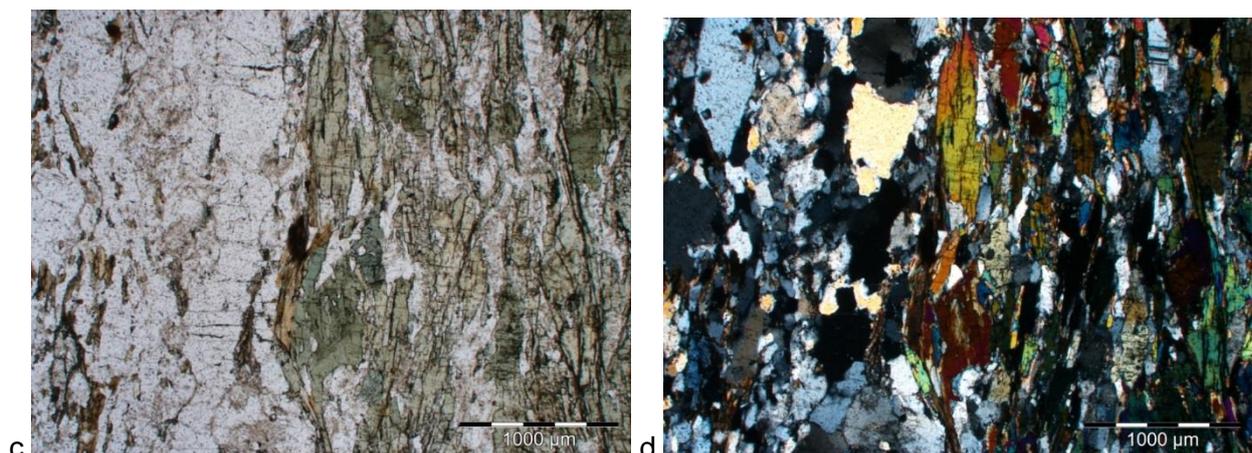
## **Echantillon PIM2 : Gneiss / Amphibolite**

Le matériau est un mixte de gneiss et d'amphibolite, les deux faciès rocheux sont représentés dans l'échantillon et en étroite liaison (contacts gneiss-amphibolite au sein des blocs et granulats). La lame mince correspond majoritairement à un gneiss en contact avec une amphibolite. Le gneiss est riche en plagioclase, quartz, biotite, grenat, épidote et amphibole. Les amphiboles sont peu nombreuses, prismatiques et pléochroïques (vert, bleu turquoise, marron). Il s'agit probablement d'hornblende. L'amphibolite est quant à elle constituée d'amphiboles prismatiques trapues mais surtout allongées qui soulignent la foliation (amas orientés de cristaux d'amphibole). Elles sont de grande taille (500µm à millimétrique) et sont associées à des plagioclases et à de rares biotites.

**Aucune forme aciculaire ni fibreuse n'a été identifiée dans ce matériau.**



*vue macroscopique (a) et sous loupe binoculaire (b)*



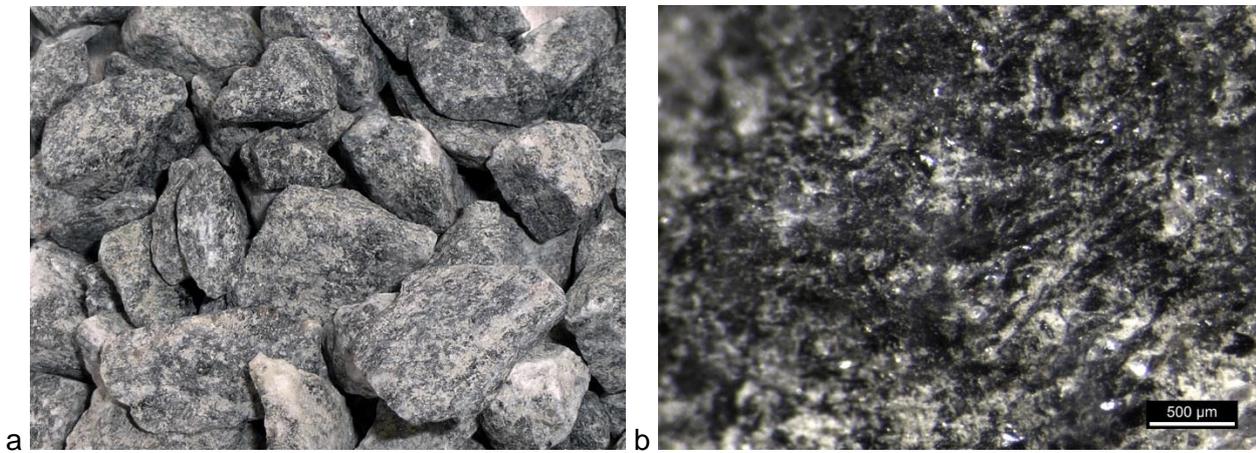
*Illustration 3 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM2 :*

*Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (c) et en lumière polarisée analysée (d): Contact entre le gneiss (à gauche) et l'amphibolite (à droite) ; les amphiboles sont prismatiques, de grande taille et allongées selon une direction préférentielle*

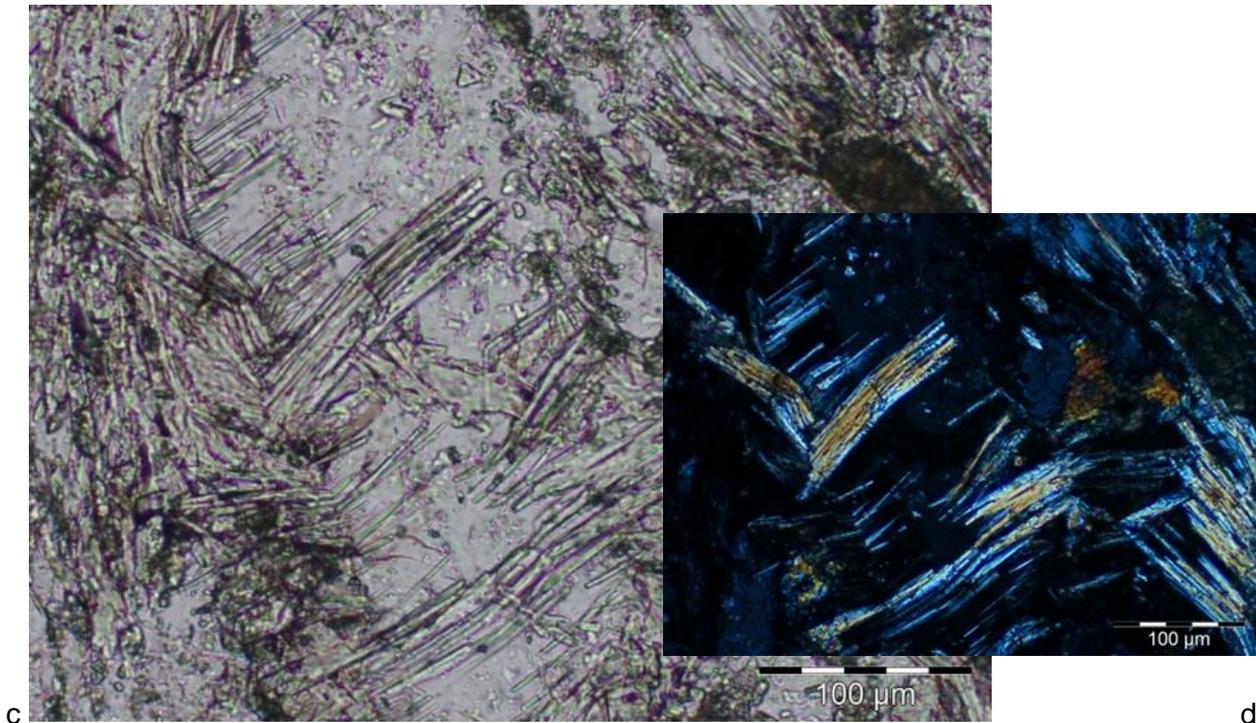
## **Echantillon PIM3 : Amphibolite à hornblende**

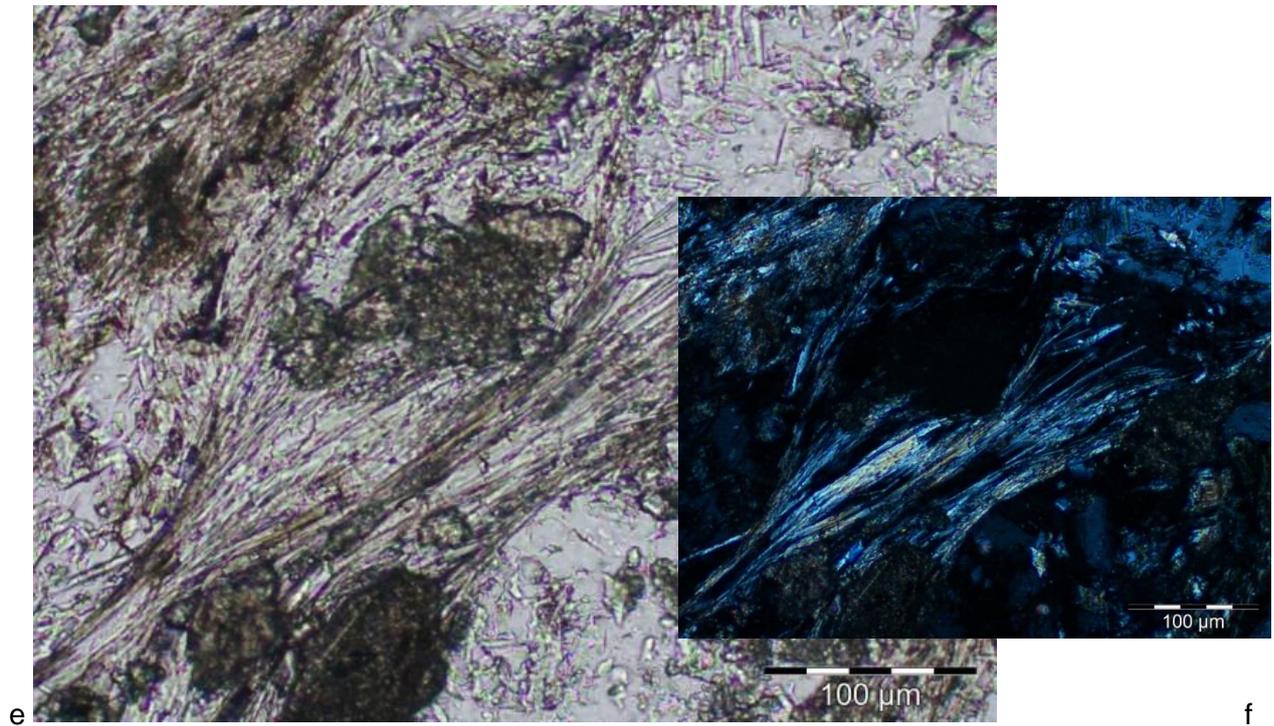
La roche constituant ce matériau est une amphibolite à hornblende. Les observations effectuées sur lame mince montrent 3 zones distinctes : une correspondant à de la calcite, l'autre correspondant à une zone très riche en lattes de plagioclase associées notamment à de la chlorite, des minéraux opaques ainsi qu'à des amphiboles et la dernière correspondant à une amphibolite.

**Les amphiboles sont largement présentes et bien visibles sous une loupe binoculaire. Elles sont en majorité prismatiques, s'effilochant souvent au niveau de leurs extrémités en amphiboles aciculaires voire fibreuses dans les deux dernières zones ; elles forment parfois de petits faisceaux associés à des chlorites.**



*vue macroscopique (a) et sous loupe binoculaire (b),*





*Illustration 4 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM3 :*

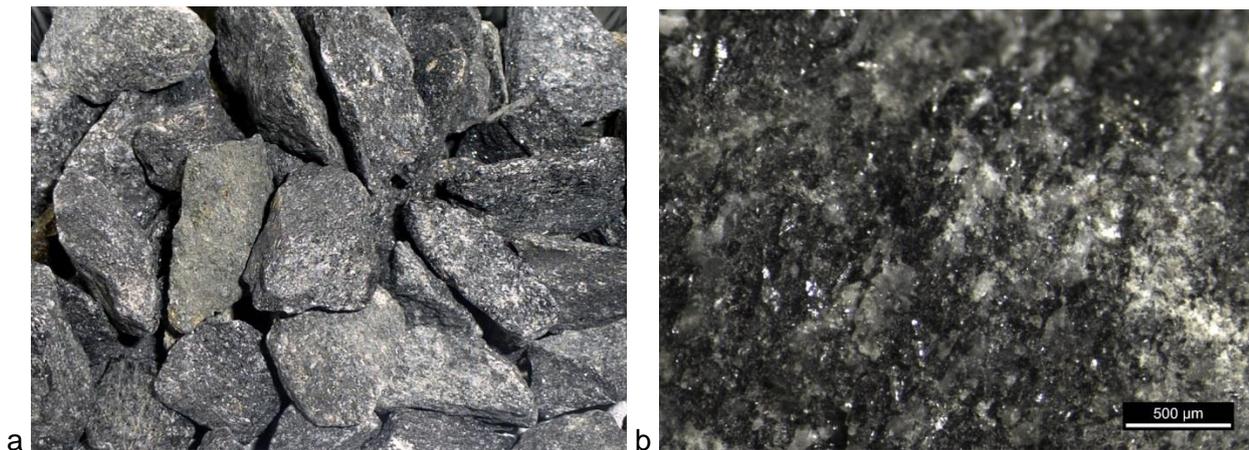
*Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (c et e) et en lumière polarisée analysée (d et f) :*

*Amphiboles aciculaires (c et d) - Petits faisceaux d'amphiboles s'éfilochant en formes fibreuses (e et f)*

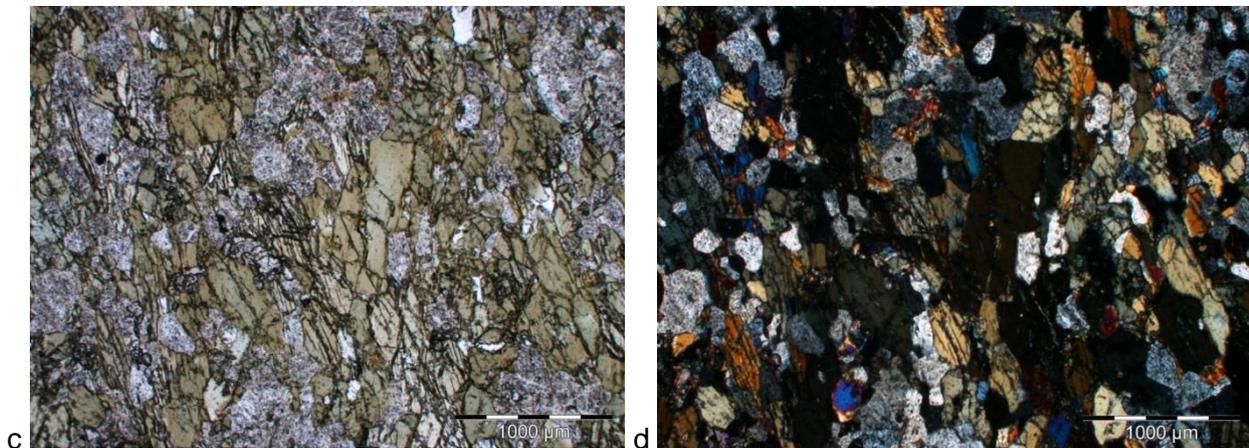
## **Echantillon PIM4 : Amphibolite à hornblende**

Le matériau est une amphibolite constituée majoritairement par des amphiboles et des plagioclases ( $\pm$  chlorite, biotite, sphène et minéraux opaques). Les amphiboles sont prismatiques, de taille relativement grande (200  $\mu\text{m}$  à millimétrique) et légèrement pléochroïques dans les verts (il s'agit probablement de magnésio-hornblende et/ou de tschermakite).

**Ces amphiboles ne présentent pas de morphologies aciculaires ou fibreuses.**



*vue macroscopique (a) et sous loupe binoculaire (b),*



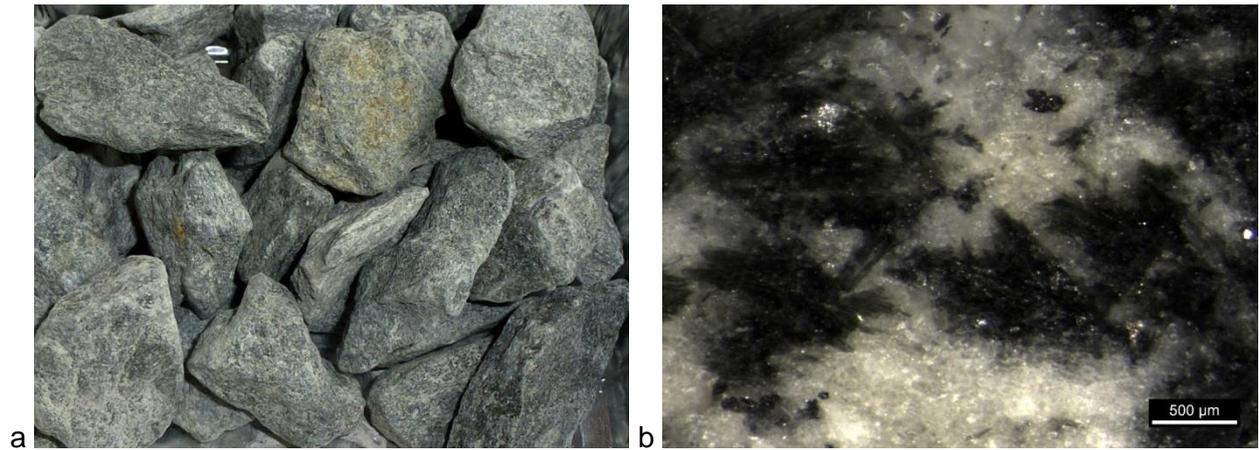
*Illustration 5 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM4 :*

*Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (c) et en lumière polarisée analysée (d):  
Vue générale de l'amphibolite : amphiboles prismatiques pléochroïques dans les verts/marrons associées  
à des grains de plagioclase*

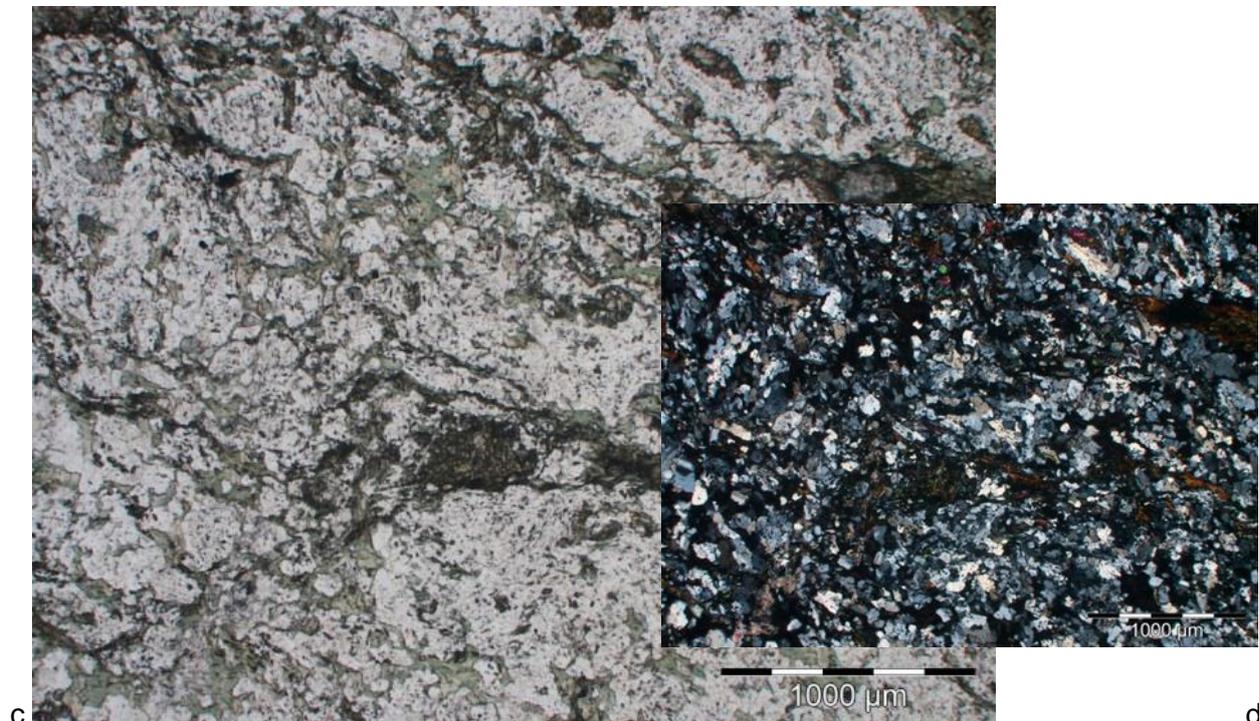
## **Echantillon PIM5 : Amphibolite à actinolite**

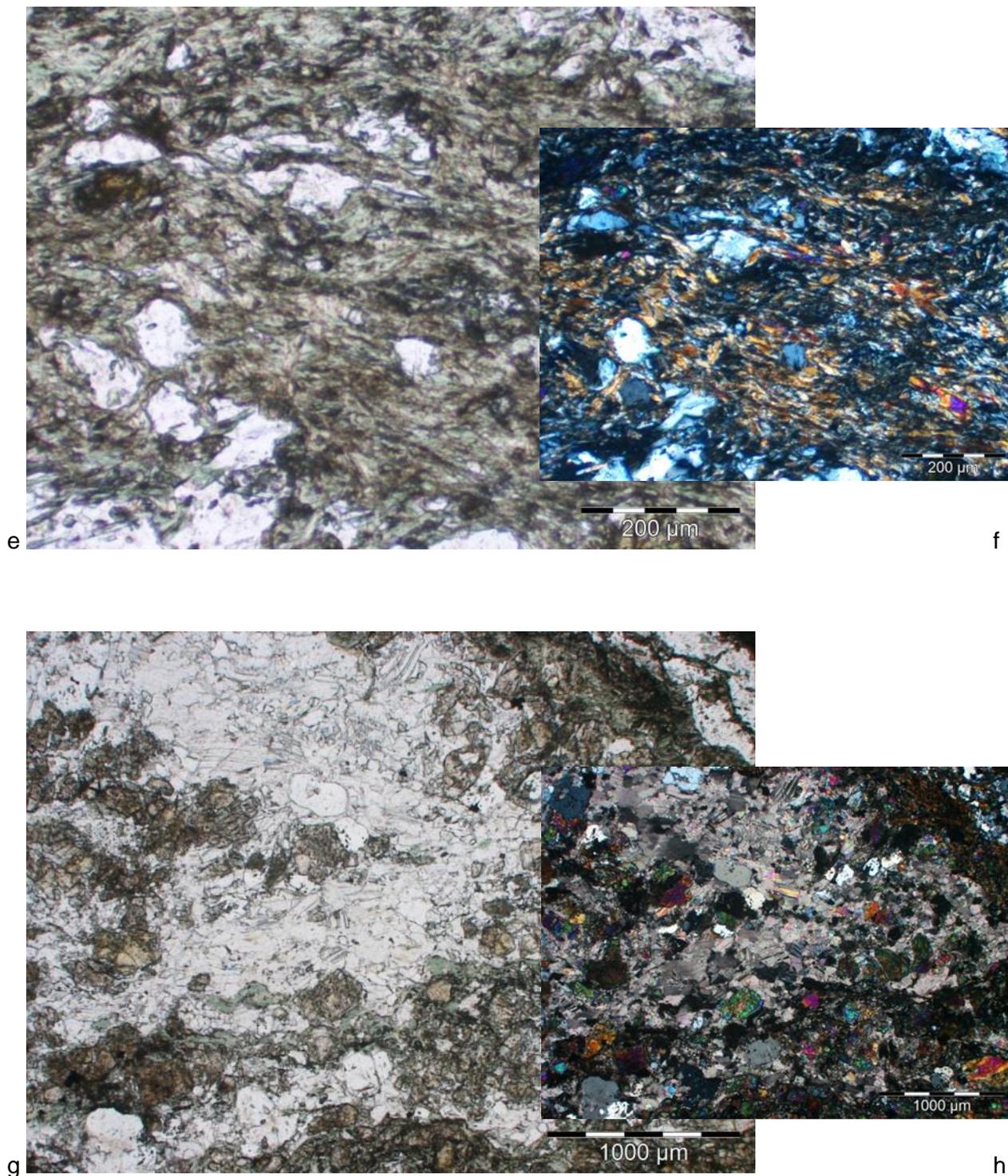
Le matériau est une amphibolite plagioclasiqque légèrement rétro-morphosée essentiellement constituée de plagioclase, d'amphibole, de chlorite, d'épidote, de minéraux opaques, de calcite et de quartz. Les amphiboles sont présentes sous forme de petits amas de cristaux trapus, faiblement allongés associés à de la chlorite.

**Ces amphiboles ne présentent que rarement des formes fibreuses.**



*vue macroscopique (a) et sous loupe binoculaire (b),*





*Illustration 6 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM5 :*

*Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (c, e et g) et en lumière polarisée analysée (d, f et h) :*

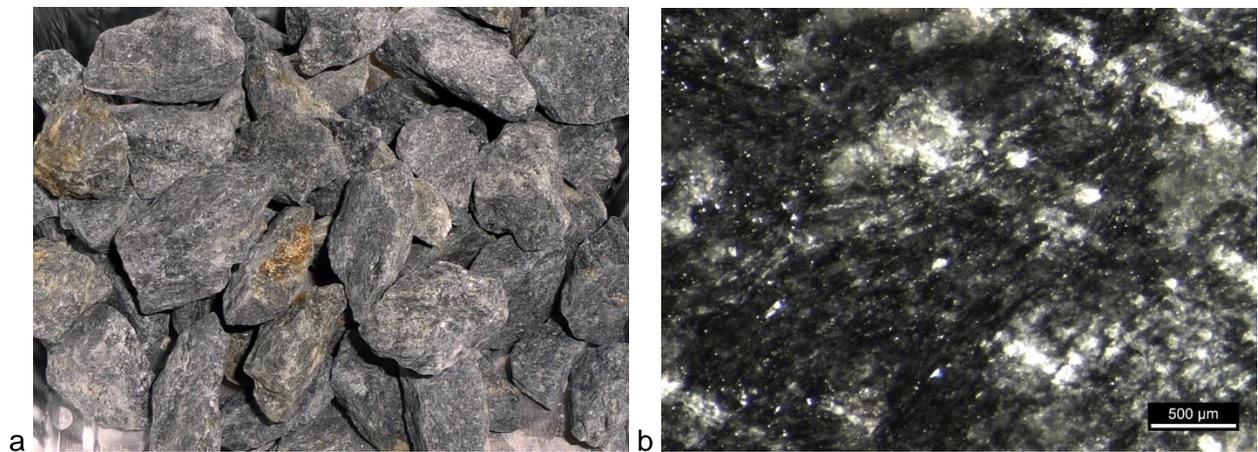
*Vue générale de l'amphibolite plagioclasique rétomorphosée (c et d) - Amas d'amphibole (e et f) - Association de grains de calcite et d'épidote (g et h)*

## **Echantillon PIM6 : Amphibolite à actinolite**

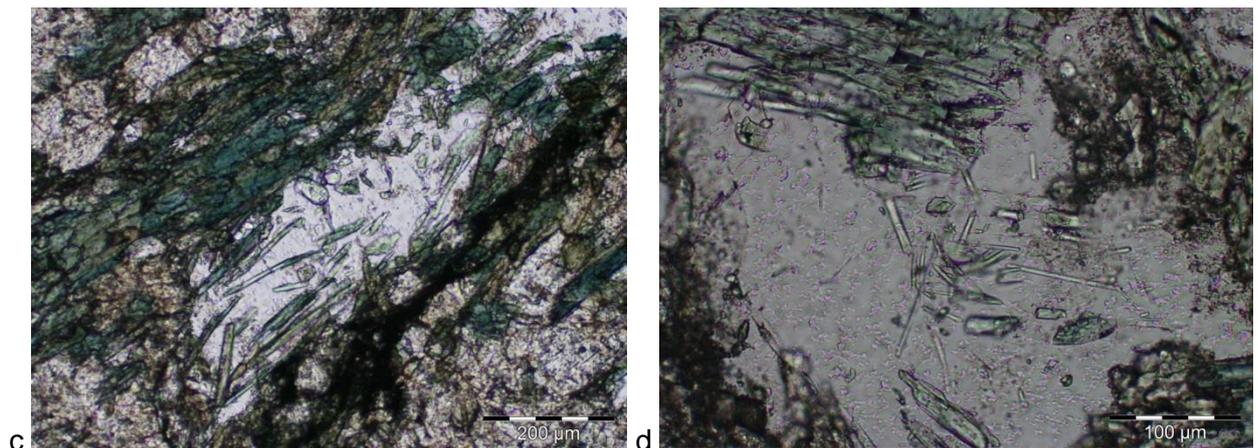
La roche composant cet échantillon est une amphibolite, où les amphiboles sont plus ou moins abondantes sous de nombreuses formes. La lame mince a été confectionnée à partir de différents éléments d'amphibolite ± riches en amphibole.

Les amphiboles observées sont présentes sous différentes formes. Elles sont toutes de couleur verte et sont, en moyenne, de relativement petite taille (nettement inférieures à 300µm). Il pourrait s'agir de magnésio-hornblende comme de l'actinolite.

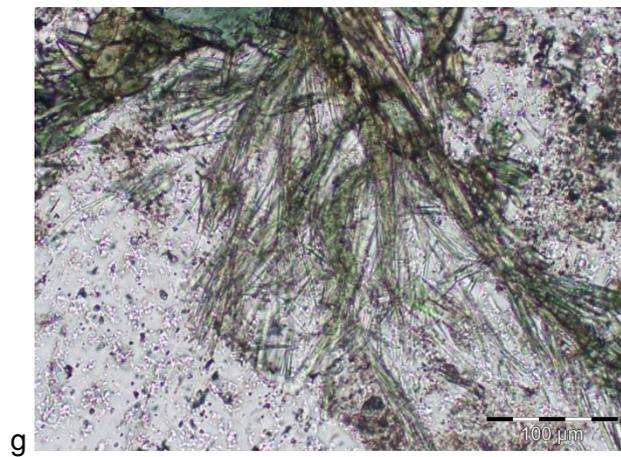
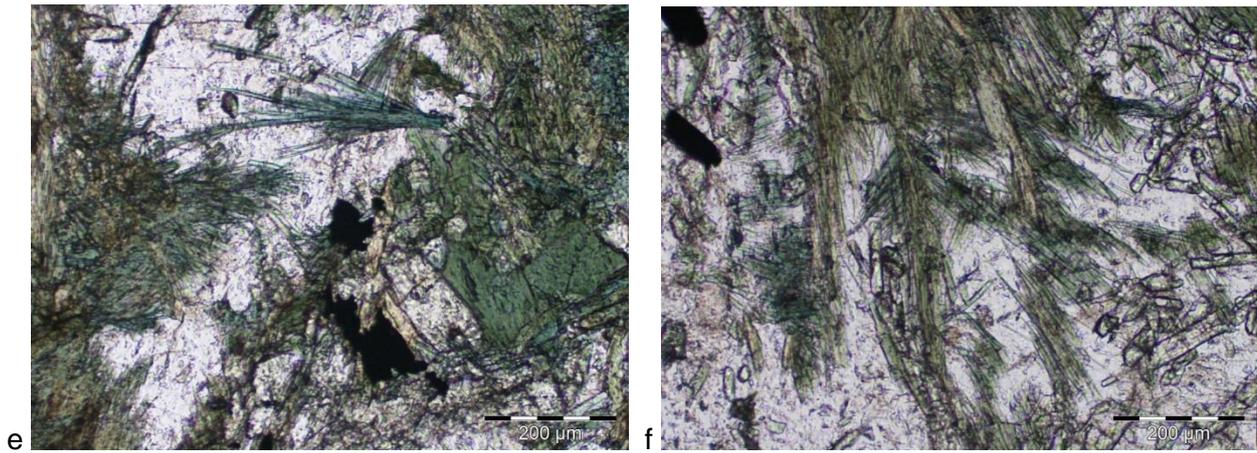
**Les amphiboles largement présentes sont aisément observables sous une loupe binoculaire. Elles se présentent en cristaux prismatiques trapus à allongés, en cristaux aciculaires (principalement développés au sein des grains de plagioclase) et en gerbes fibreuses effilochées.**



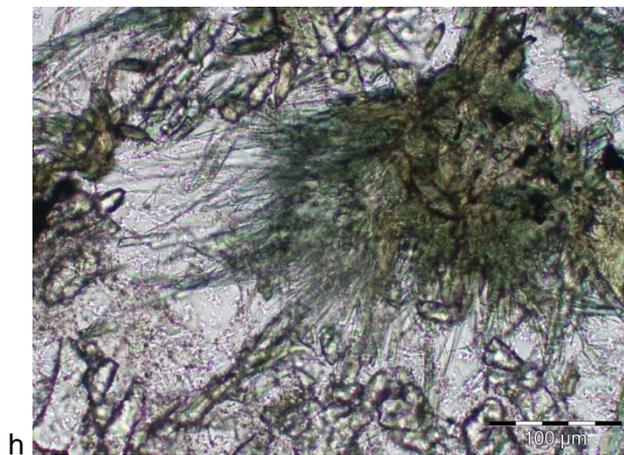
*vue macroscopique (a) et sous loupe binoculaire (b),*



*Amphiboles ± aciculaires au sein de grains de plagioclase (c et d)*



*Amas d'amphiboles fibreuses (e, f et g)*



*Amphibole s'effilochant en fibres très fines (h)*

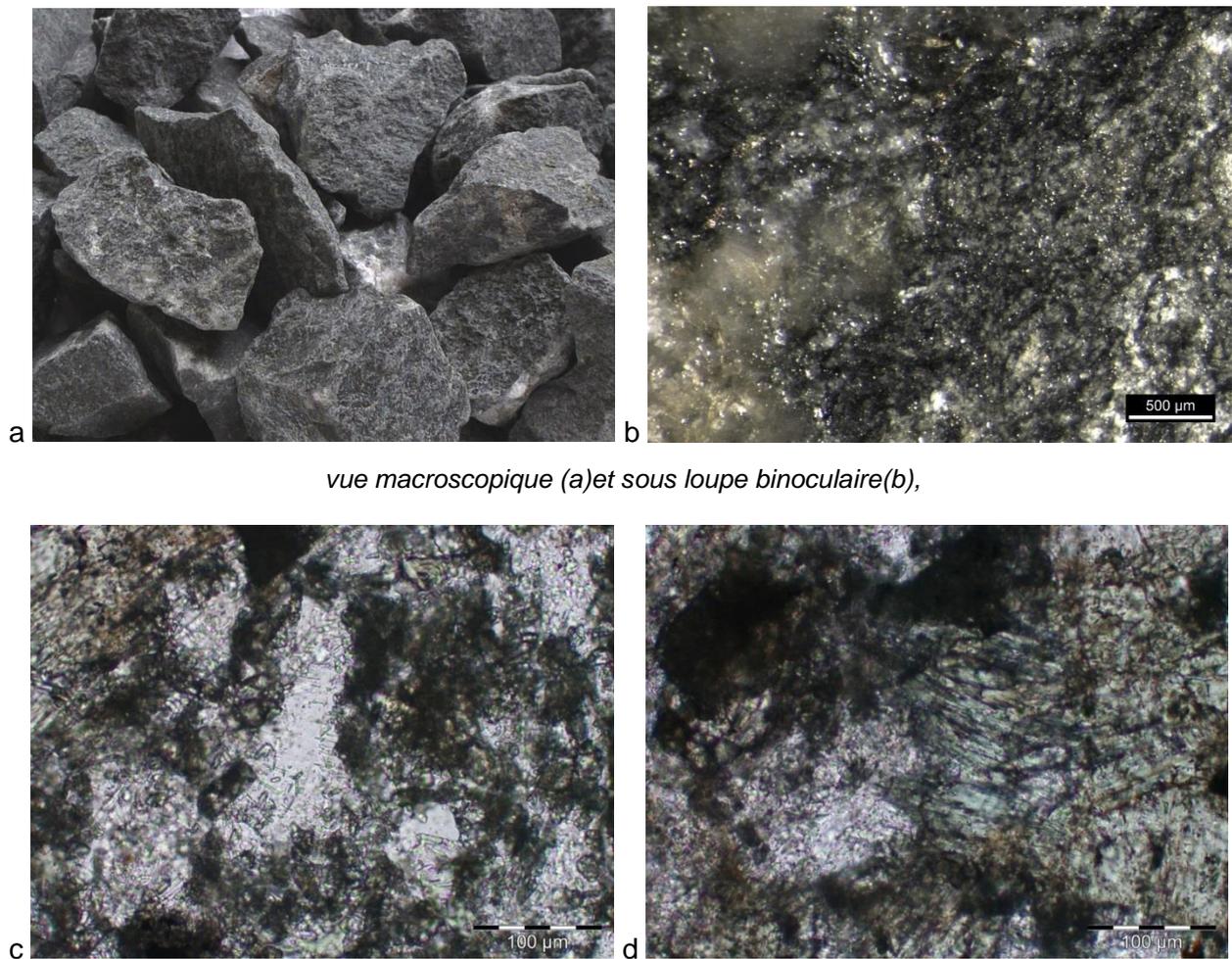
---

*Illustration 7 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM6 :  
Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (c, d, e, f, g et h)*

## **Echantillon PIM7 : Dolérite hydrothermalisée**

Le matériau est une dolérite hydrothermalisée constituée majoritairement de plagioclase, d'amphibole et de minéraux opaques. Les amphiboles sont assez nombreuses, de petite taille (inférieure 300µm), altérées et légèrement pléochroïques dans les verts. Il pourrait s'agir de magnésio-hornblende et/ou d'actinolite. Par ailleurs, des veines remplies de calcite recoupent cette dolérite.

**Certaines de ces amphiboles présentent des extrémités fibreuses, d'autres, aciculaires, sont présentes de manière isolée au sein de certains grains de plagioclase.**



*vue macroscopique (a) et sous loupe binoculaire (b),*

### *Illustration 8 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM7 :*

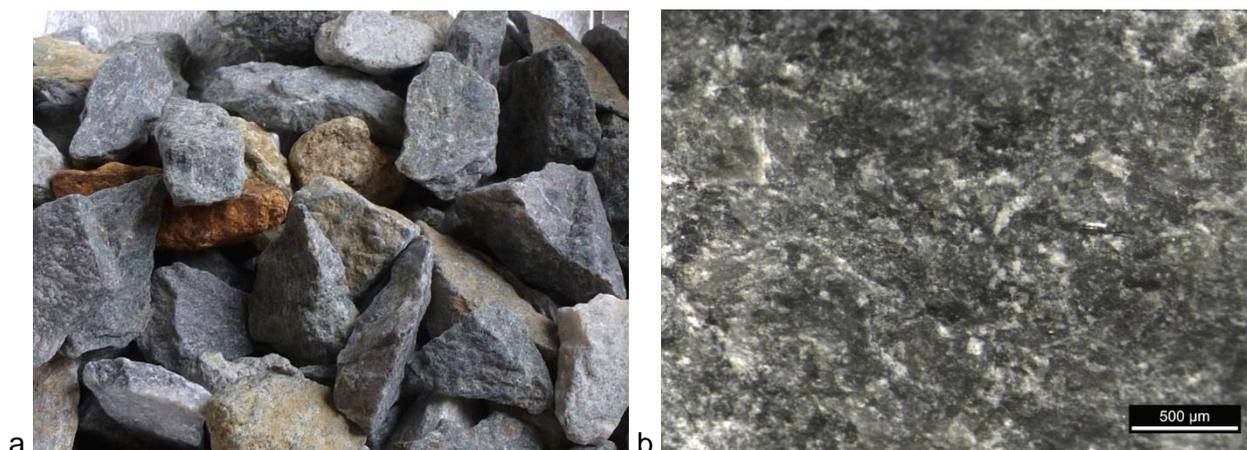
*Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (c et d):*

*Amphiboles aciculaires au sein d'un grain de plagioclase (c) - Amphiboles présentant des extrémités fibreuses (d)*

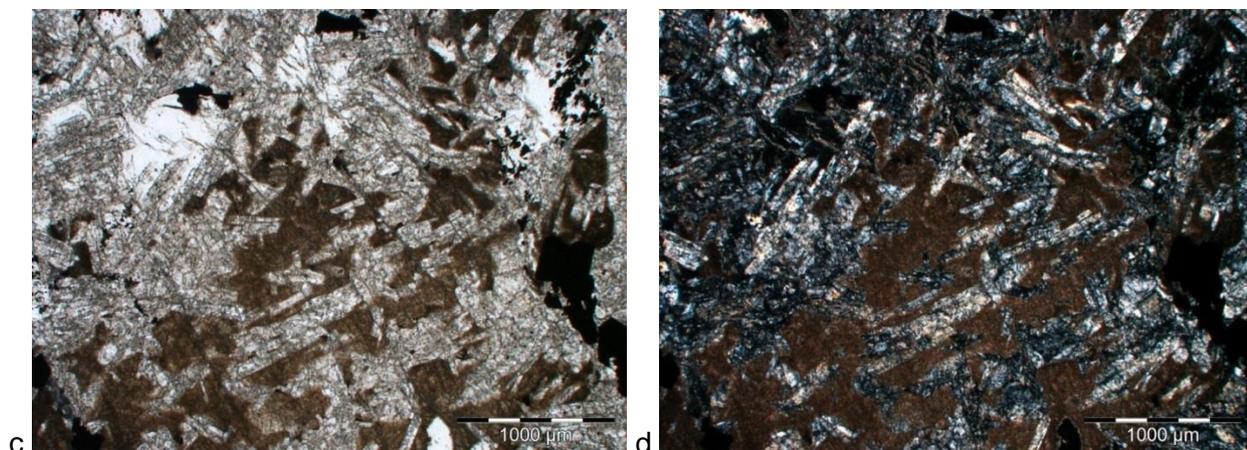
## **Echantillon PIM8 : Dolérite hydrothermalisée**

Le matériau est une dolérite hydrothermalisée constituée essentiellement de baguettes de plagioclase en inter-croissance avec d'anciens phénocristaux de pyroxène totalement altérés, associées à des « vacuoles » de chlorite ainsi qu'à des minéraux opaques ( $\pm$  quartz). La rétro-morphose est trop poussée pour qu'il subsiste encore des amphiboles.

**Aucune amphibole n'a été observée dans cette lame mince.**



*vue macroscopique (a) et sous loupe binoculaire (b),*



*Illustration 9 - Texture et minéralogie de l'échantillon PIM8 :*

*Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (c et d):*

*Dolérite totalement hydrothermalisée constituée de baguettes de plagioclase, d'anciens phénocristaux de pyroxène altérés, de « vacuoles » de chlorite et de minéraux opaques (c et d)*

## **Echantillon GACO : Serpentine / Péridotite serpentinisée**

Deux faciès pétrographiques ont été identifiés : la serpentine et la péridotite serpentinisée. Ils ont fait l'objet, chacun, d'une lame mince.

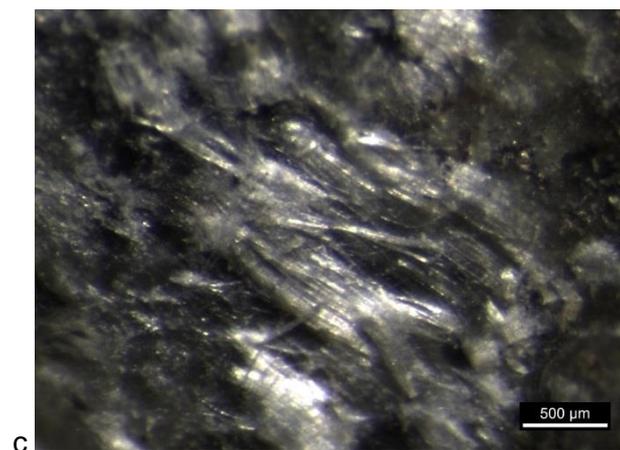
La 1ère lame mince correspond à une serpentine recoupée par des veines d'environ 200µm d'épaisseur remplies probablement par du chrysotile. Par ailleurs, sur ce faciès, des veines millimétriques de chrysotile ont été observées.

La 2ème lame mince correspond à une péridotite serpentinisée composée de grains d'olivine, de clinopyroxène, de serpentine, de minéraux opaques ainsi que d'anciens phénocristaux totalement altérés (orthopyroxènes ?). Aucune veine de chrysotile n'a été observée dans cette lame mince.

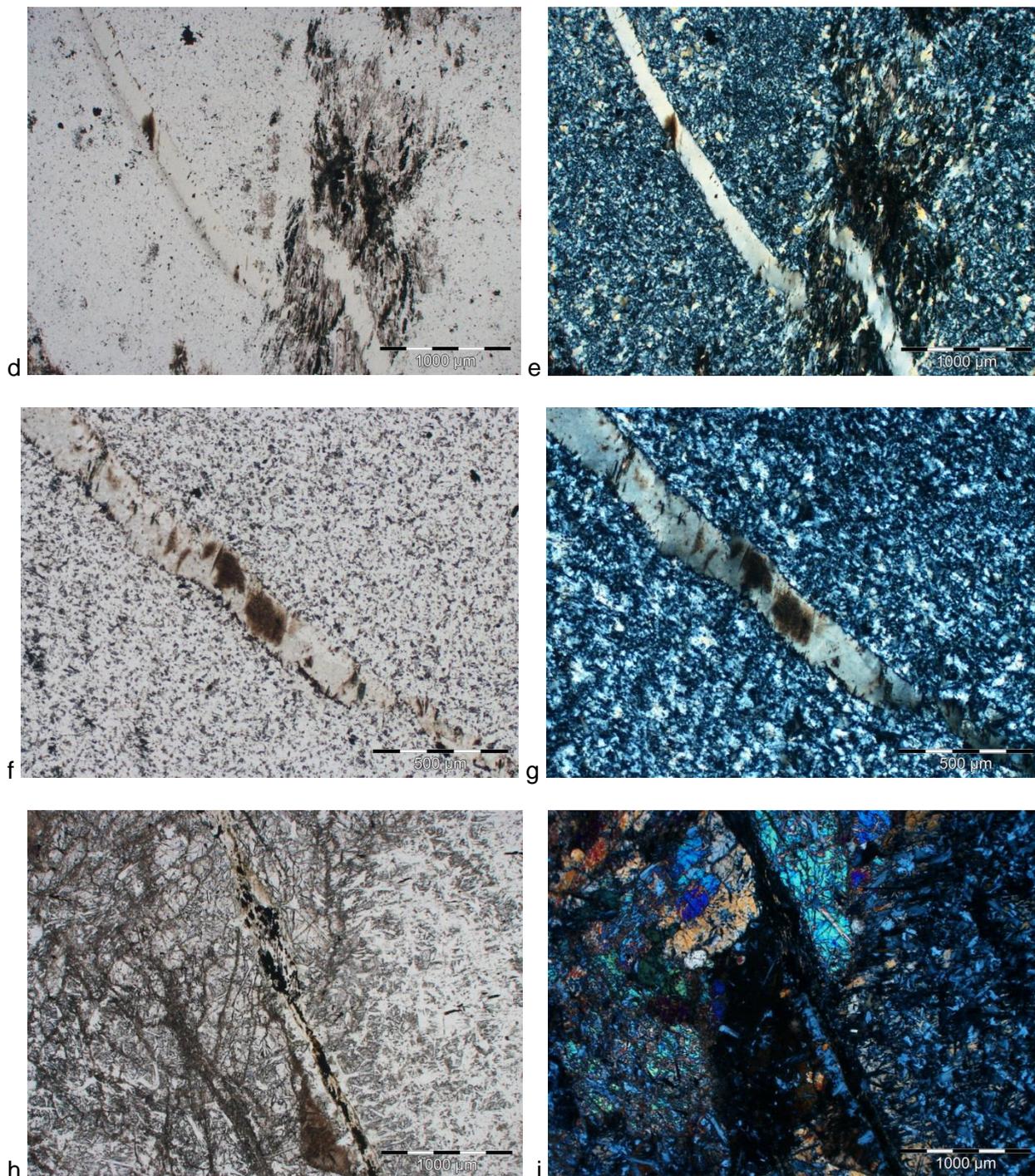
**Le chrysotile est bien représenté dans des veines et veinules millimétriques à micrométriques.**



vues macroscopiques : galets (a) et galets cassés (b)



remplissage millimétrique de chrysotile vu sous loupe binoculaire (c),



*Illustration 10 - Texture et minéralogie de l'échantillon GACO :*

*Lame mince sous microscope en lumière polarisée non analysée (d, f et h) et en lumière polarisée analysée (e, g et i) :*

*Vues générales de la serpentinite recoupée par des veinules remplies très probablement par du chrysotile (d, e, f et g : 1ère lame mince)*

*Vue générale de la péridotite serpentinisée constituée de grains d'olivines, de pyroxènes ainsi que de serpentine (h et i : 2ème lame mince)*

### 3. Principe et paramétrage initial de la méthode

#### 3.1. PRINCIPE DE LA METHODE « PIMAC »

Pour l'élaboration du protocole opératoire « PIMAC », le choix a été fait d'utiliser un appareillage existant, disponible dans de nombreux laboratoires tant dans les exploitations que chez les utilisateurs. Il s'agit de l'appareillage micro-Deval utilisé pour tester la résistance à l'usure par frottement des granulats dans le cadre d'une utilisation en revêtements routiers, ballast ferroviaires et bétons. Dans son usage courant, la mise en œuvre de l'appareillage et du test sont effectués suivant un mode opératoire défini dans une norme européenne : NF EN 1097-1. L'essai est réalisé dans des jarres étanches en inox, l'échantillon y est testé en présence d'une charge de billes en acier. En règle générale, il est conduit en présence d'eau, mais l'essai peut également être effectué à sec. Le résultat est exprimé sous la forme d'un coefficient appelé coefficient micro-Deval.

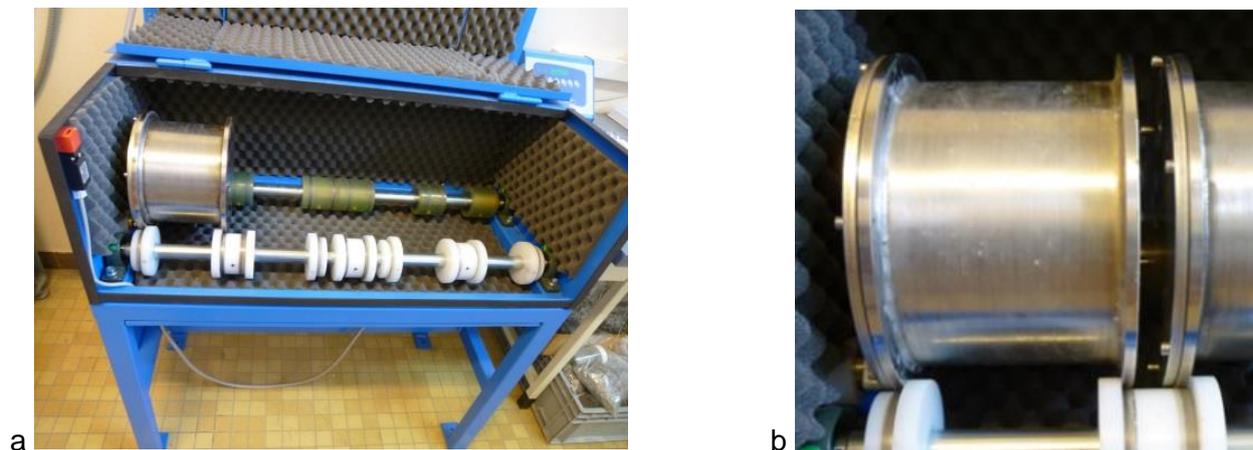


Illustration 11 – Appareillage micro-Deval : machine d'essai (a) - Gros plan sur une jarre de tests (b)

Pour mettre en évidence la capacité d'un matériau à libérer des particules fibreuses ou des PMA, l'objectif du test PIMAC est de reproduire les agressions mécaniques dues aux différentes opérations subies par un matériau depuis son extraction jusqu'à son utilisation, mais aussi dans son processus de vieillissement et, de démolition et recyclage. Il s'agit de provoquer artificiellement les effets de frottements et d'usures subis par un matériau. Pour aboutir à ce résultat, l'essai doit être réalisé à sec, de manière à éviter les effets lubrifiants de l'eau et permettre, en fin de test, la récupération des poussières fines générées au sein de la jarre. Il doit également être mis en œuvre sans charge de billes d'acier, pour obtenir un effet d'attrition du matériau testé, c'est-à-dire une usure provoquée par le frottement des éléments du matériau entre eux. On parlera donc d'un essai d'attrition plutôt que d'un essai d'usure.

L'essai doit en outre porter sur une quantité de matériau suffisante de manière à garantir la représentativité d'un lot, tout en le limitant à une quantité maximale relative à la capacité des jarres mises en œuvre.

Enfin les jarres de test de l'essai micro-Deval présentent l'avantage d'avoir été conçues pour une utilisation avec de l'eau et sont donc parfaitement étanches. Cette configuration permet donc un confinement de l'échantillon et des poussières générées au cours de l'essai, ne nécessitant pas de précautions particulières par rapport à la réglementation de l'amiante sur les lieux de travail.

Dans une seconde phase de la méthode « PIMAC », les particules fines générées et confinées, en fin d'essai, au sein de la jarre doivent être prélevées et fixées sur un support pour effectuer les analyses et de déterminer la présence de particules asbestiformes et/ou de PMA. Pour cela, la méthode consiste à se conformer aux dispositions pertinentes des normes en usage. Les organismes accrédités procédant aux mesures d'empoussièrement appliquent des procédures normalisées : norme XP X 43-269 (prélèvement individuel) « Prélèvement sur filtre à membrane pour la détermination de la concentration en nombre de fibres par les techniques de microscopie : MOCP, MEBA et META » et NF X 43-050 (prélèvement d'ambiance) « Détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission ». Ces deux normes mettent en œuvre des appareillages et procédures opératoires présents dans les laboratoires accrédités pour le prélèvement et/ou l'analyse de l'amiante.

Pour mettre en œuvre ce prélèvement, dans de bonnes conditions, l'installation a été conçue suivant le schéma illustré ci-dessous :

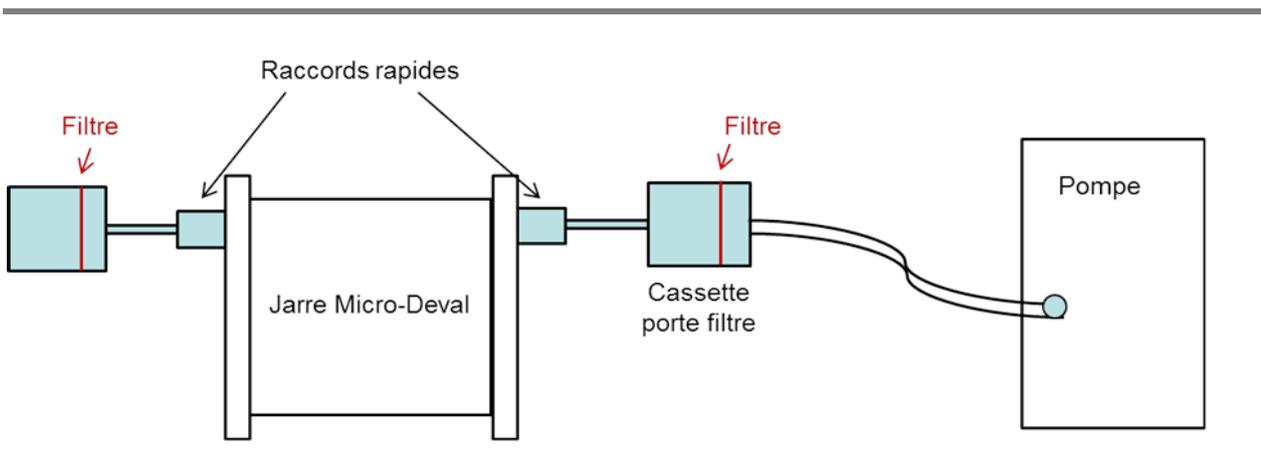


Illustration 12 – Schéma de principe du test PIMAC lors de la phase de prélèvement des poussières en aérosols au sein de la jarre

Le matériel utilisé :

- une pompe à débit régulé de type de celles utilisées pour les prélèvements d'air ambiant dans le cadre des échantillonnages amiantes ;
- des cassettes en matériau conducteur équipées de filtres à membrane en diamètre 37 mm, tels que présentés dans la norme XP X 43-269 – Annexe 1 ;
- des filtres en ester de cellulose avec un diamètre de pores de 0,45  $\mu\text{m}$  tels que ceux utilisés pour les prélèvements liés à la méthode analytique META (cf. norme XP X 43-269 – chapitre 6.1.
- deux raccords rapides de type « air comprimé » ;
- du tuyau en silicone.

Enfin, quand les poussières ont été prélevées, la jarre doit être vidée et nettoyée. Pour ce faire, une ouverture pratiquée dans le couvercle de la jarre rend possible le remplissage de la jarre avec de l'eau. Après agitation, celle-ci peut ensuite être ouverte en toute sécurité afin d'en extraire l'échantillon testé ainsi que les poussières résiduelles. Ces produits potentiellement contaminés en particules amiantifères, peuvent être récupérés pour des observations complémentaires ou conditionnés, sous forme humide, pour mise en décharge réglementaire. Aucune précautions particulières ne sont à prendre, les particules amiantifères qui sont susceptibles d'être présentes étant récupérées dans l'eau. La jarre est finalement lavée et rincée à grande eau puis séchée pour être utilisée pour un essai suivant.

Pour réaliser ce dispositif, les jarres micro-Deval doivent être modifiées, afin de percer trois ouvertures (deux dans le couvercle, une dans la base de la jarre) pour permettre d'une part, la mise en place des raccords rapides et d'autre part disposer d'un orifice de remplissage d'eau. Les orifices sont fermés avec une vis et un joint durant l'essai d'attrition et pour le prélèvement des poussières par pompage, les vis situées sur la périphérie du couvercle et de la base de la jarre seront enlevées et remplacées par un raccord rapide (type air comprimé). L'orifice central restant fermé par une vis durant la phase d'attrition et de prélèvement des poussières. Pour la phase d'extraction de l'échantillon après essai, l'orifice de la base de la jarre est fermé par une vis et l'orifice central du couvercle est ouvert pour permettre le remplissage de l'eau dans la jarre. Les modifications apportées sont présentées et illustrés ci-dessous.

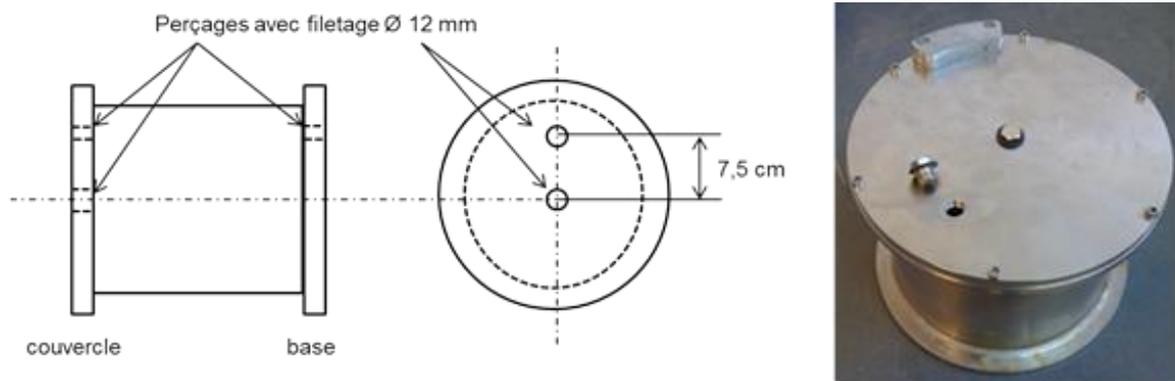


Illustration 13 – Schéma de modification des jarres micro-Deval pour l'essai PIMAC

Les dispositions de la norme NF EN 1097-1 de l'essai micro-Deval prévoient l'utilisation de petites jarres (d'une contenance de 4,8 litres environ) pour les classes granulaires de faibles tailles, et des grandes jarres (d'une contenance de 12,5 litres environ) pour les classes granulaires de fortes tailles. Dans le cadre du protocole « PIMAC », il en sera de même afin de garantir la représentativité de l'échantillonnage soumis à test.

La procédure de mise en œuvre du protocole opératoire est détaillée en annexe 2 du présent rapport.

## 3.2. PARAMETRAGE DE L'ESSAI D'ATTRITION

### 3.2.1. Machine et jarres micro-Deval

Le résultat recherché par le test PIMAC est un effet d'usure par frottement entre les éléments de l'échantillon introduit dans la jarre. La configuration de l'appareillage micro-Deval n'a donc pas fait l'objet d'une étude spécifique, partant du principe que cet appareillage était déjà configuré pour un test d'usure. Cependant, par rapport à l'essai micro-Deval, deux points majeurs de la procédure opératoire ont été modifiés : suppression de l'eau et suppression de la charge de billes.

La vitesse de rotation de la jarre en relation avec les dimensions de la jarre est un point sensible par rapport au résultat recherché. En effet, l'écoulement de l'échantillon durant la rotation de la jarre doit s'effectuer dans un mouvement dit « en cascade » afin que la phase d'attrition opère pleinement. Pour obtenir ce roulement des éléments de l'échantillon des uns sur les autres, il est nécessaire que la vitesse de rotation ne soit pas trop élevée de manière à ne provoquer ni un mouvement d'entraînement des éléments de l'échantillon jusqu'à leur chute libre au sein de la jarre, ni une centrifugation de l'échantillon.

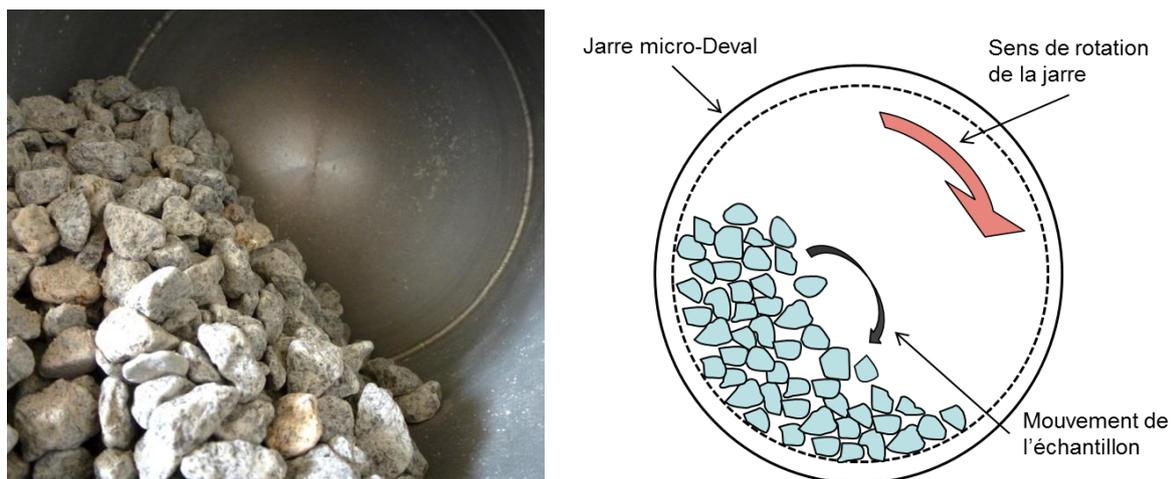


Illustration 14 – Mouvement d'attrition d'un échantillon au sein de la jarre micro-Deval

Par ailleurs, la configuration intérieure de la jarre, est le second point sensible. Les parois internes des jarres micro-Deval sont lisses, ce qui a pour effet de provoquer un glissement de l'échantillon le long de la paroi de la jarre au cours de sa rotation. Ce phénomène limite l'entraînement des éléments de l'échantillon au cours de l'essai.

La vitesse de rotation de la machine micro-Deval est de 100 t/min dans sa configuration pour la mise en œuvre de l'essai d'usure normé avec de l'eau et la charge de bille. Elle répond donc aux critères permettant de créer un phénomène d'usure au sein des jarres micro-Deval. De ce fait, l'essai PIMAC sera testé dans la configuration nominale de l'appareillage, à 100 t/min et, en parallèle, une seconde machine micro-Deval a été aménagée pour réaliser des essais avec une vitesse de rotation réduite à 65 t/min. L'objectif étant de valider la vitesse de rotation à la vitesse nominale de l'appareillage ou s'il est nécessaire de modifier cette vitesse pour optimiser le rendement de l'essai PIMAC.

### 3.2.2. Taux de remplissage des jarres micro-Deval

Pour démarrer la validation, le taux de remplissage des jarres a été calé sur celui du test micro-Deval. Le remplissage des jarres représente entre 10% et 20% en volume net (ne tenant pas compte des espaces inter-granulaires des billes et des éléments de l'échantillon). En tenant compte de la densité des échantillons ainsi que de celle des billes, et rapporté à des échantillons sans billes, on obtient des prises d'échantillon, en masses, de 1,2 kg à 2,5 kg.

Par ailleurs, afin de ne pas entraver le mouvement « en cascade » des éléments de l'échantillon au sein des jarres durant l'essai, un remplissage maximal d'environ 1/3 de la jarre (en volume) a été fixé. Cette valeur correspond au taux moyen de remplissage des broyeurs à boulet qui peut être valablement utilisé comme base de référence. Le volume intérieur des jarres étant légèrement inférieur à 5 litres, la charge maximale serait ainsi de l'ordre de 1,6 litre. Ce volume correspond à une masse échantillon de l'ordre de 2,2 à 2,3 kg en volume apparent (avec une densité en vrac d'environ 1,4).

Compte tenu des paramètres précédents, la prise d'essai devra se situer entre 1 et 2,5 kg. Un critère de représentativité de l'échantillon soumis au test sera également pris en compte au moment du choix final de la prise d'essai.

### 3.2.3. Durée de l'essai

Concernant ce paramètre, le critère important est le taux de fines produites au cours du test. Pour positionner une fourchette de travail raisonnable, des essais préalables ont été menés sur quelques échantillons avec une prise d'essai : 1 kg. Ces essais ont rapidement montré que la durée de 120 minutes de l'essai micro-Deval était susceptible de produire des quantités importantes de fines, la référence de mesure étant la quantité d'éléments inférieurs à 50 µm produits au cours de l'essai.

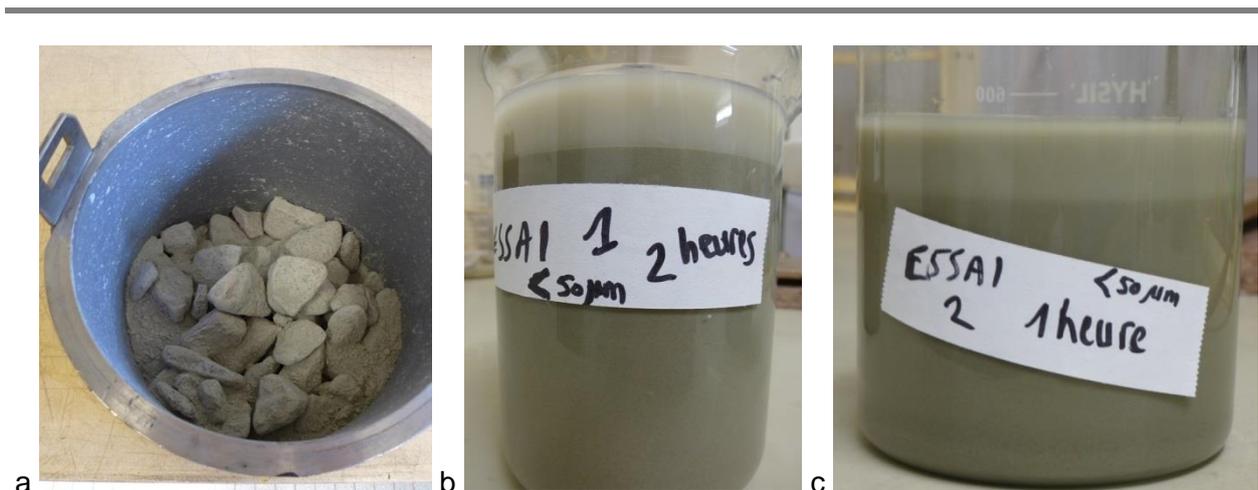


Illustration 15 – Essais préalables pour l'estimation de la durée du test : production de fines inférieures à 50 µm au sein de la jarre micro-Deval, mises en dans l'eau : pour une durée de 2 heures (b) et de 1 heure (c). Aspect de l'échantillon à la fin du test d'attrition (a).

La réduction de la durée de l'essai à 60 minutes montrait encore un taux de production de fines inférieures à 50 µm de l'ordre de 20 % en masse.

Or, par expérience, les professionnels des granulats affirment que leurs produits, ne produisent pas plus de 1 % de fines (inférieures à 63 µ), au cours des différents processus de transport mis en œuvre. Par ailleurs l'objectif de l'essai « PIMAC » n'est pas de pousser le test de manière à dégrader fortement les propriétés des matériaux et produire des quantités importantes de fines. Les échanges avec les différents interlocuteurs du projet sur ce sujet ont permis de fixer la cible pour la taille et la quantité de particules dans les résidus de l'attrition : entre 1 et 5 % d'éléments de granulométrie inférieure à 63 µm.

La durée d'essai mise en œuvre dans le cadre du projet sera donc fortement réduite pour tenir compte des résultats des premiers essais et des objectifs fixés en terme de production de fines inférieure à 63 µm : des temps de 15 et 30 min sont retenus.

### **3.3. METHODE DE TRAVAIL MISE EN ŒUVRE**

Pour conclure, les différents paramètres retenus pour définir la configuration de l'essai d'attrition sont les suivants :

**Objectif principal :** taille et quantité de particules dans les résidus de l'attrition : entre 1 et 5 % d'éléments de granulométrie inférieure à 63µm.

#### **Variables techniques à tester:**

- La vitesse de rotation de la machine Micro-Deval : vitesse nominale (100 tr/min) et vitesse réduite à 65 t/min,
- La quantité d'échantillon à utiliser pour l'essai : des charges de 1, 2 et 2,5 kg,
- La durée de l'essai d'attrition : 15 et 30 min,
- La classe granulaire principale utilisée pour les essais est la classe 10-14 mm représentative et disponible dans les lots d'échantillons.

Enfin, l'essai doit être reproductible avec tout type d'échantillon, il sera donc mis au point avec l'échantillon de granodiorite puis sur tous les 9 autres échantillons à disposition du projet.

De même, les différentes classes granulaires feront l'objet de tests de manière à les comparer au protocole : classes 6,3-10 mm et 20-50 mm.

**La configuration et le paramétrage global du protocole se déroulent en trois phases :**

- **Paramétrage de l'essai d'attrition**
- **Paramétrage de l'extraction et de la récupération des produits de l'attrition**
- **Validation par l'analyse et la caractérisation des filtres de prélèvement**

## 4. Mise au point et paramétrage de l'essai d'attrition

### 4.1. PARAMETRAGE DE L'ESSAI D'ATTRITION AVEC L'ECHANTILLON DE GRANODIORITE

La première série d'essais de paramétrage, a été réalisée sur une douzaine de prises d'échantillon de granodiorite principalement dans la classe granulaire 10-14 mm, a permis de traiter principalement les points suivants:

- La vitesse de rotation de la machine Micro-Deval : vitesse nominale (100 tr/min) et vitesse réduite à 65 t/min,
- La durée de l'essai d'attrition de 15 et 30 min,
- Masse d'échantillon à utiliser pour l'essai : 1 ou 2 kg

Les résultats obtenus au cours de ces essais sont évalués sur la base des résidus d'attritions. En fin d'essai, les échantillons ont été tamisés en voie humide sur deux tamis d'ouverture 2 mm et 63  $\mu$ m. Les différentes fractions granulométriques récupérées, séchées et pesées sont rapportées à la masse totale de l'échantillon initialement soumis à essai, permettant ainsi de déterminer des taux de production des résidus d'attrition.

Les éléments de granulométrie supérieure à 2 mm représentent en totalité les granulats des échantillons non divisés au cours de l'essai. Les coupures à 2 mm et 63  $\mu$ m sont choisies pour repérer une éventuelle fraction sableuse générée au cours de l'essai, la fraction inférieure à 63  $\mu$ m est celle susceptible de contenir les poussières fines alvéolaires inférieures à 10  $\mu$ m. C'est aussi dans cette dernière fraction que les particules amiantifères ou PMA peuvent être présents. La répartition moyenne des fractions granulométriques des résidus d'attrition, exprimés en pourcentages par rapport à la masse initiale de l'échantillon, sont présentés dans les tableaux suivants.

Durée \ Charge	1 kg	2 kg
15 min	1,42 %	2,49 %
30 min	2,16 %	3,36 %

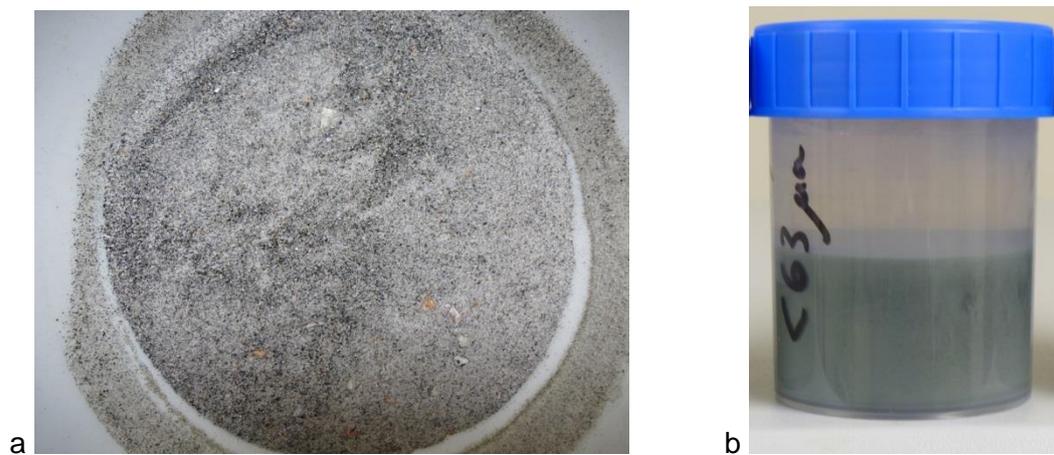
Tableau 1 – Taux de la fraction inférieure à 2 mm produits au cours de l'essai (GRAN à 100 t/min)

Durée \ Charge	1 kg	2 kg
15 min	1,05 %	1,69 %
30 min	1,74 %	2,51 %

Tableau 2 – Taux de la fraction inférieure à 63  $\mu$ m produits au cours de l'essai (GRAN à 100 t/min)



*Illustration 16 – Les granulats avant(a) et après essai d'attrition (b) ; aspect en fin d'essai avec les fines produites au cours de l'essai (c) et même échantillon après lavage (d) (GRAN) ( les grossissements photographiques sont approximativement les mêmes)*



*Illustration 17 – Fractions 2 mm – 63 µm (a) et inférieure à 63 µm (b) produites au cours de l'essai (GRAN)*

L'analyse des résultats montre une production de fines inférieures à 63 µm en quantité plutôt faible pour une prise d'échantillon de 1 kg ainsi que pour les essais réalisés sur une durée de 15 minutes. La durée de l'essai de 30 min présente un rendement des fines inférieures à 63 µm, plus proche de la médiane de l'objectif recherché.

Par ailleurs, on constate que les fines produites au cours de l'essai sont, pour environ 75 %, des particules inférieures à 63 µm, la fraction 2 mm – 63 µm ne représentant que 25 % du résidu d'attrition. Sans présager de la distribution granulométrique des inférieurs à 63 µm, ce résultat est un bon indicateur pour dire que la méthodologie pressentie est susceptible de donner satisfaction.

Quelques essais sont effectués en répétabilité : l'écart type obtenu pour une prise d'essai de 2kg / durée 30 minutes, est de 0,14, valeur, plus faible que les 0,20 obtenu pour une prise d'essai de 1 kg / durée 30 minutes.

**La configuration de l'essai avec une prise d'essai de 2kg / durée 30 minutes semble être celle qui permet d'atteindre un état d'équilibre dans le processus d'attrition au sein de la jarre et qui présente un rendement des fines inférieures à 63 µm satisfaisant. Elle est donc principalement retenue pour la suite des essais.**

Par ailleurs, ces premiers essais ont été réalisés à la vitesse nominale de la machine micro-Deval à 100 t/min. Les tests effectués avec une vitesse de rotation réduite à 65 tr/min de la machine Micro-Deval n'apportent pas de valeur ajoutée. Le rendement en fines inférieures à 63 µm plus élevé de 15 à 20 % par rapport aux tests à la vitesse nominale, reste proche des valeurs obtenus initialement avec une vitesse de rotation de 100 t/min.

La modification de la vitesse de rotation de la machine Micro-Deval entraînant par ailleurs des contraintes supplémentaires techniques et financières, cette possibilité a été rapidement abandonnée et les essais suivants du programme sont effectués à la vitesse nominale de l'appareillage (100 t/min).

## **4.2. MISE EN ŒUVRE DU TEST D'ATTRITION SUR L'ENSEMBLE DES ECHANTILLONS DISPONIBLES**

Sur la base des résultats obtenus sur les granodiorites, une série d'environ 40 essais est réalisée sur les 8 autres matériaux de carrières de la classe granulaires 10-14 mm.

Le protocole retenu tient compte des précédents résultats: durée d'essai de 30 minutes, vitesse nominale de la machine micro-Deval et des charges des jarres de 1, 2 et 2,5 kg de granulats.

De même que pour les premiers essais, les résultats obtenus sur l'ensemble des échantillons disponibles, sont évalués sur la base des résidus d'attritions. En fin d'essai, les échantillons sont tamisés en voie humide sur deux tamis d'ouverture 2 mm et 63 µm. Les différentes fractions granulométriques récupérées, séchées et pesées sont rapportées à la masse totale de l'échantillon initialement soumis à essai, permettant ainsi de déterminer des taux de production des résidus d'attrition.

La répartition des fractions granulométriques des résidus d'attrition, exprimés en pourcentages par rapport à la masse initiale de l'échantillon, sont présentés dans le tableau suivant. Compte tenu de la diversité des échantillons, le tableau présente pour chaque type d'essai le taux minimal et maximal mesurés sur la totalité des essais réalisés.

Charge Granulométrie	1 kg	2 kg	2,5 kg
< 2 mm	1,12 / 2,31 %	1,56 / 4,39 %	1,68 / 3,63 %
< 63 µm	1,07 / 2,09 %	1,50 / 3,90 %	1,65 / 3,25 %

Tableau 3 – Taux de la fraction inférieure à 2 mm et inférieure à 63 µm produits au cours des essais sur l'ensemble des échantillons avec la classe granulaire 10-14 mm

Par ailleurs, une série d'environ 20 essais est effectués sur les classes granulaires plus fines 6,3-10mm et plus grossières 20-50mm.

Le protocole retenu : durée d'essai de 30 minutes, charge des jarres à taux de remplissage constant soit 2,5 kg pour la classe 6,3-10mm et de 5 kg pour la classe 20-50mm.

Les répartitions des fractions granulométriques des résidus d'attrition, exprimées en pourcentages par rapport à la masse initiale de l'échantillon, sont présentées dans le tableau 4. Compte tenu de la diversité des échantillons, le tableau présente pour chaque type d'essai le taux minimal et maximal mesurés sur la totalité des essais réalisés.

Charge Granulométrie	Classe granulaire 6,3 / 10 mm Petite jarre (2,5 kg)	Classe granulaire 20 – 50 mm Grande jarre (5 kg)
< 2 mm	1,74 / 4,98 %	3,02 / 5,09 %
< 63 µm	1,64 / 4,45 %	2,49 / 4,45 %

Tableau 4 – Taux de la fraction inférieure à 2 mm et inférieure à 63 µm produits au cours des 20 essais sur l'ensemble des échantillons : taux minimal et maximal pour chaque classe granulaire

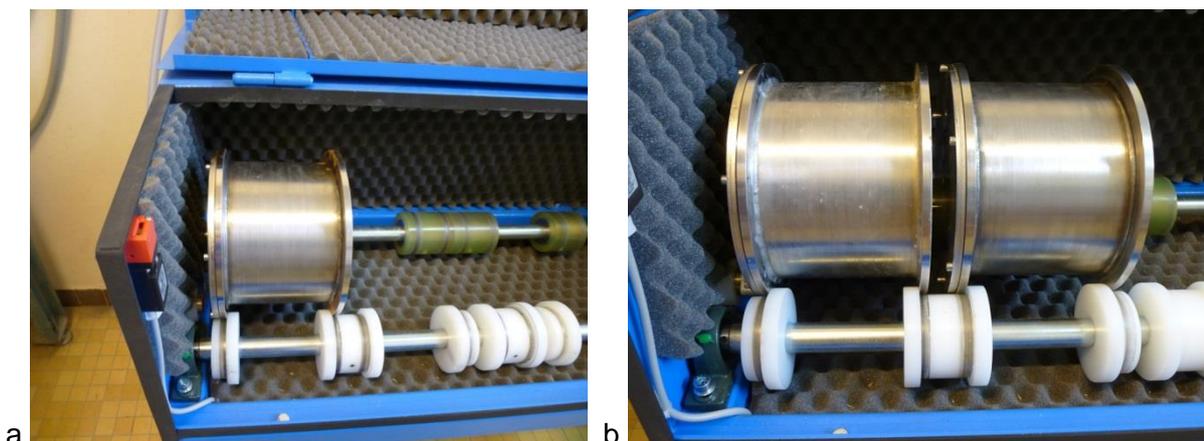


Illustration 18 – Machine micro-Deval en fonctionnement avec une jarre (a) ou deux jarres (b)



*Illustration 19 – Quelques exemples d'échantillons après le test d'attrition :*

*Echantillon PIM1 (a) - Echantillon PIM2 (b) - Echantillon PIM4 (c) - Echantillon PIM5 (d) - Echantillon PIM6 (e) - Echantillon PIM8 (f)*

Les protocoles mis en œuvre pour ces différents essais confirment les résultats observés sur les essais initiaux sur les granodiorites. Ils répondent aux objectifs initiaux fixés, en particulier sur les rendements en fines inférieures à 63 µm recherchés entre 1 et 5% en masse. Malgré la variabilité introduite avec la diversité des échantillons, les résultats montrent une production de fines qui, dans tous les cas de figure, reste dans la fourchette fixée initialement.

Un second point est confirmé, c'est la faible présence d'éléments grossiers (entre 63 µm et 2 mm) dans les résidus d'attrition. Comme le montrent les résultats présentés dans le tableau 5, cette fraction granulométrique est peu représentée dans ces résidus. **Le protocole en place opère donc une usure par frottement, conformément aux objectifs.**

Granulométrie \ Charge	1 kg	2 kg	2,5 kg
> 63 µm et < 2 mm	0,06 / 0,25 %	0,05 / 0,49 %	0,04 / 0,37 %

Tableau 5 – Taux de la fraction supérieure à 63 µm et inférieure à 2 mm produits au cours des essais : valeur minimale et maximale pour les 40 essais

En ce qui concerne les autres variables :

- Pour une prise d'échantillon de 1 kg, le taux de fines inférieures à 63 µm se situe plutôt dans la partie basse de la fourchette, ce qui pourrait poser un problème de représentativité pour certains échantillons.
- Les prises d'essai de 2,5 kg, fournissent un taux de fines proche des prises d'essai de 2 kg. Pour certains échantillons elle est moins productive que les prises d'essai de 2 kg, ce qui semblerait montrer que le processus d'attrition n'a pas atteint son équilibre (processus de frottement atténué).
- Les essais effectués avec des classes granulaires plus fines (classe 6,3-10 mm) ou plus grossières (classe 20-50 mm), se positionnent également très correctement par rapport à leur taux de fines inférieures à 63 µm.
- Enfin, les écarts observés sur les résultats entre des essais identiques réalisés sur un même échantillon (classe granulaire 10-14 mm et 2 kg de prise d'essais) montrent une plus grande hétérogénéité. Pour trois échantillons l'écart sur le taux de fines est inférieur ou égal à 0,1 mais pour 4 échantillons cet écart est supérieur ou égal à 0,3.

Le taux d'usure observé sur les granulats en fin d'essai (cf. illustration 19) montre des éléments émoussés au niveau des angles vifs initiaux. Les granulats gardent cependant leurs formes et leurs dimensions initiales et aucune dégradation excessive (éléments cassés ou complètement arrondis) n'est observée sur aucun des échantillons testés. Il est vrai que la nature très résistante des matériaux testés contribue à ce constat, des produits aux caractéristiques mécaniques de moins bonnes qualités conduiraient à une usure plus conséquente. A l'inverse les matériaux rocheux, telles que les amphibolites ou les dolérites, susceptibles de libérer des particules allongées ou fibreuses, sont par définition des produits possédant de bonnes caractéristiques mécaniques. Les zones altérées de ce type de roches n'arrivent pas, dans la chaîne de production, à fournir des granulats aux caractéristiques mécaniques requises et ne sont donc pas présentes dans nos échantillons.

**A l'issue de l'ensemble des essais réalisés, la configuration avec une prise d'essai de 2kg et une durée de 30 minutes, est celle qui est retenue pour le protocole d'attrition.**

### 4.3. ANALYSE DÉTAILLÉE DE LA FRACTION GRANULOMÉTRIQUE INFÉRIEURE A 63 µm PRODUITE AU COURS DE L'ESSAI D'ATTRITION

Comme vu dans le précédent chapitre, les particules de granulométrie inférieure à 63 µm produites au cours de l'essai d'attrition sont largement majoritaires. Une analyse plus fine et détaillée de cette fraction est nécessaire pour en connaître la répartition dimensionnelle. Des analyses micro-granulométriques sont donc effectuées sur les fractions inférieures à 63 µm par deux méthodes: sédimentation (appareillage SEDIGRAPH III) et diffractométrie laser (appareillage CILAS HR 850). Les analyses sont réalisées sur les fines issues des 8 échantillons ainsi que de la granodiorite.

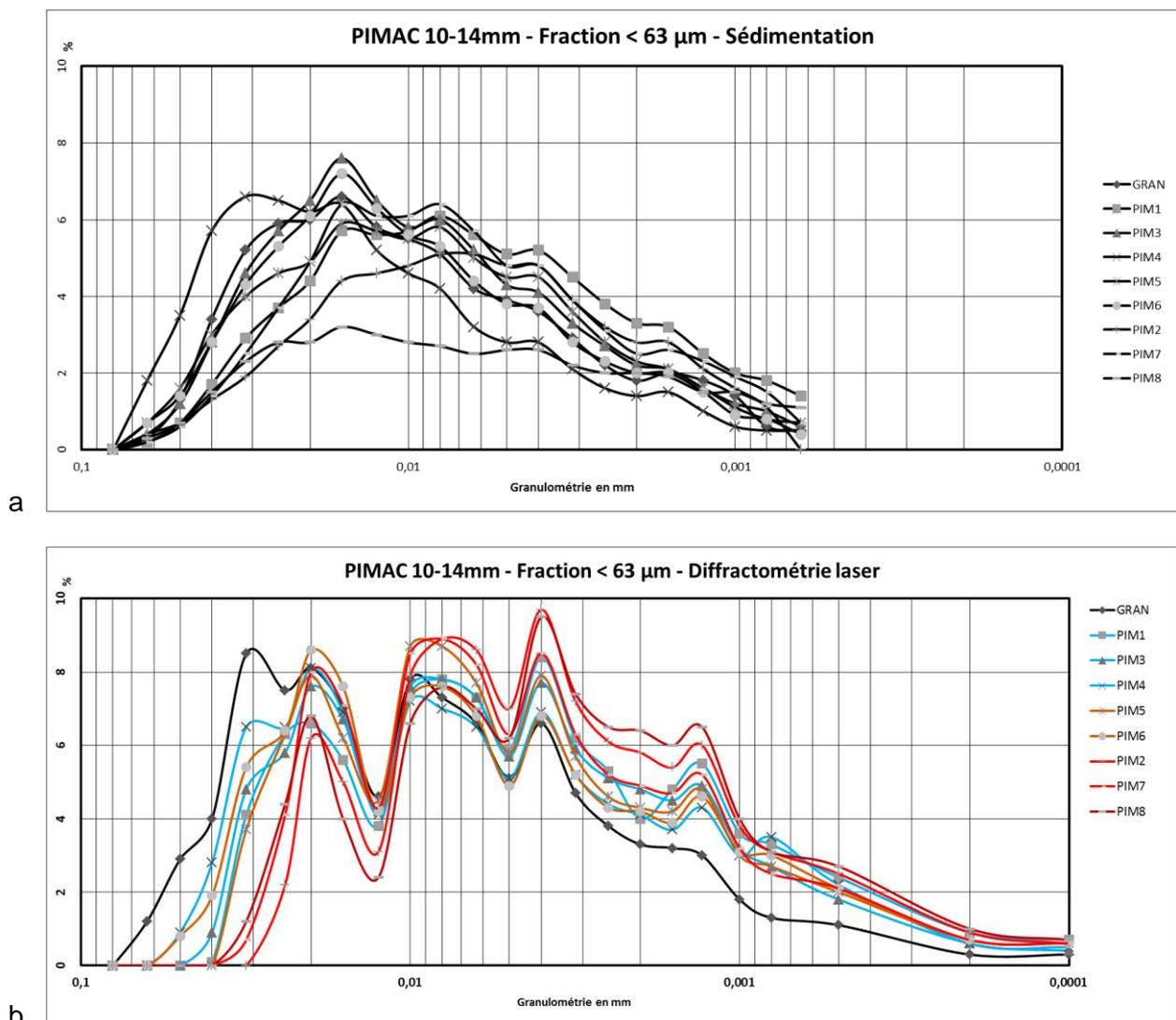


Illustration 20 – Courbes de répartition granulométrique de la fractions inférieure à 63 µm produites au cours de l'essai : par sédimentation (a) et par diffractométrie laser (b)

L'analyse micro-granulométrique par sédimentation est basée sur la vitesse de chute d'une particule dans un liquide au repos. L'analyse par diffractométrie laser, quant à elle, mesure la quantité de particules, d'une dimension donnée, présente dans un liquide en mouvement dans un flux orienté et forcé.

La lecture des graphes obtenus avec les deux méthodes d'analyses permettent de dégager les principales caractéristiques de la répartition granulométrique de la fraction inférieure à 63 µm (cf. tableau 6). Les résultats sont exprimés en pourcentages mini/maxi par rapport à la masse de la fraction inférieure à 63 µm après essai d'attrition, tous les échantillons confondus.

Appareillage \ Granulométrie	< 20 µm	< 10 µm	< 5 µm	< 2 µm
<b>SEDIGRAPH</b>	75,9 / 93,0 %	58,1 / 83,4 %	46,1 / 75,4 %	33,3 / 66,0 %
<b>LASER</b>	75,9 / 97,8 %	56,2 / 83,5 %	34,5 / 60,0 %	14,3 / 30,4 %

Tableau 6 – Caractéristiques de la répartition granulométrique de la fraction inférieure à 63 µm produite au cours de l'essai

On constate grâce à ces analyses, la faible présence de particules dans la partie la plus grossière entre 20 µm et 63 µm. Les particules, de dimensions inférieures à 20 µm, représentent au moins les  $\frac{3}{4}$  des fines produites au cours de l'essai. Le processus d'attrition produit encore majoritairement des particules de dimensions inférieures à 10 µm et une proportion encore importante d'inférieurs à 5 et à 2 µm.

**Ces résultats, sont à considérer par rapport à la typologie des particules OMS recherchées. Le test d'attrition montre qu'il est susceptible de libérer des fines de la taille des particules amiantifères ou des PMA. Ces résultats permettent de valider la phase d'attrition du protocole de l'essai « PIMAC ».**

Par ailleurs, pour permettre d'apprécier quantitativement les produits fin issus du processus d'attrition, le tableau 7 présente les rendements des différentes coupures granulométriques d'une part par rapport à la masse initiale des échantillons et d'autre part en masse absolue. Sur la même série d'échantillons (tous échantillons confondus), le tableau 7 présente pour chaque coupure granulométrique les minimas et maximas mesurés.

Rendements \ Granulométrie	En % (en masse)	En masse (g)
< 2 mm	1,56 / 4,39 %	31 / 88 g
< 63 µm	1,50 / 3,90 %	30 / 78 g
< 5 µm (dans <63 µm) - Laser	34 / 60 %	10 / 47 g
< 2 µm (dans <63 µm) - Laser	14 / 30 %	4 / 23 g

Tableau 7 – Caractéristiques de la répartition granulométrique de la fraction inférieure à 63 µm produite au cours de l'essai

*Remarque :* Les deux méthodes d'analyses micro-granulométriques permettent d'obtenir des résultats semblables dès lors que les particules sont parfaitement sphériques. Dans le cas de la présente étude, les différences des valeurs entre les analyses par sédimentation et celles par diffractométrie laser sont dues à la morphologie plates ou allongées des particules.

#### 4.4. COMPARAISONS DES RESULTATS DE L'ESSAI D'ATTRITION AVEC CEUX OBTENUS AU COURS D'UN BROYAGE OU D'UN ESSAI MICRO-DEVAL

La question s'est posée quant à l'intérêt de la mise en place d'un protocole opératoire spécifique visant à mettre en évidence la capacité d'un matériau à libérer des particules fibreuses ou des PMA par rapport à des préparations ou des essais existants. Deux cas ont été particulièrement abordés :

- La fraction fine produite au cours d'un processus de concassage est-elle identique à celle produite au cours de l'essai d'attrition du protocole « PIMAC » ?
- Quel peut être le lien entre les résultats obtenus au cours de l'essai micro-Deval et ceux issus de l'essai d'attrition du protocole « PIMAC » ?

Pour répondre de manière objective à ces interrogations, deux séries d'essais sont engagés sur 2 lots d'échantillons. Chaque lot est constitué d'un échantillon de granodiorite et des 8 échantillons mis à disposition dans la cadre du projet. Afin que les résultats soient comparatifs, les lots sont identiques aux échantillons ayant servi pour les tests d'attrition « PIMAC » et sont prélevés dans la classe granulaire 10-14 mm de chaque échantillon.

##### 4.4.1. Comparaison avec le concassage

Pour ce test, des échantillons d'une masse de 1 kg sont broyés dans un concasseur à mâchoires, l'écartement des mâchoires réglé à 5 mm. Les échantillons subissent un seul passage dans le concasseur. Comme pour les essais d'attrition, les échantillons sont tamisés en voie humide sur deux tamis d'ouverture 2 mm et 63 µm. Les différentes fractions granulométriques récupérées, séchées et pesées sont rapportées à la masse totale de l'échantillon initialement soumis à essai, permettant ainsi de déterminer des taux de production en fines du procédé. Enfin, pour que la comparaison soit complète, une analyse micro-granulométriques des fractions inférieures à 63 µm produites au cours des essais est réalisée par sédimentation sur l'appareillage SEDIGRAPH III. Les courbes de répartition granulométrique sont présentées dans l'illustration 21 en page suivante.

Les matériaux passés au concasseur produisent, sans surprise, une quantité d'éléments inférieurs à 2 mm très importante par comparaison à l'essai d'attrition. La proportion des inférieurs à 63 µm y est un peu supérieure mais reste assez comparable aux valeurs obtenues par attrition. Comme le montrent les courbes illustrées en page suivante, les fines produites par le concassage sont globalement plus grossières que celles de l'essai d'attrition. On constate, en particulier, une présence moins forte des particules les plus fines en dessous de 20 µm, 10 µm, 5 µm et 2 µm qui représentent les populations recherchées par rapport à la typologie des particules OMS.

**A partir de ces constats, on peut conclure qu'à partir des fines obtenues par broyage, il n'est pas possible de déduire, la capacité d'un échantillon à produire des particules fines par attrition, ni quantitativement, ni qualitativement.**

La répartition des fractions granulométriques, exprimés en pourcentages par rapport à la masse initiale de l'échantillon, sont présentés dans le tableau 8. Compte tenu de la diversité des échantillons, le tableau présente pour chaque type d'essai le taux minimal et maximal mesurés sur la totalité des essais réalisés.

Granulométrie \ Charge et méthode	2 kg – « PIMAC »	1 kg - Concassés
< 2 mm	1,56 / 4,39 %	53,17 / 71,35 %
< 63 µm	1,50 / 3,90 %	2,92 / 11,31 %
< 20 µm (dans <63 µm) - Sédigraph	76 / 93 %	59 / 76 %
< 10 µm (dans <63 µm) - Sédigraph	58 / 83 %	49 / 65 %
< 5 µm (dans <63 µm) - Sédigraph	46 / 75 %	40 / 60 %
< 2µm (dans <63 µm) - Sédigraph	33 / 66 %	34 / 58 %

Tableau 8 – Comparaison entre les taux des fractions inférieures à 2 mm, 63 µm, 20 µm, 10 µm, 5 µm et 2 µm produits au cours des essais d'attrition « PIMAC » et le même matériau concassé

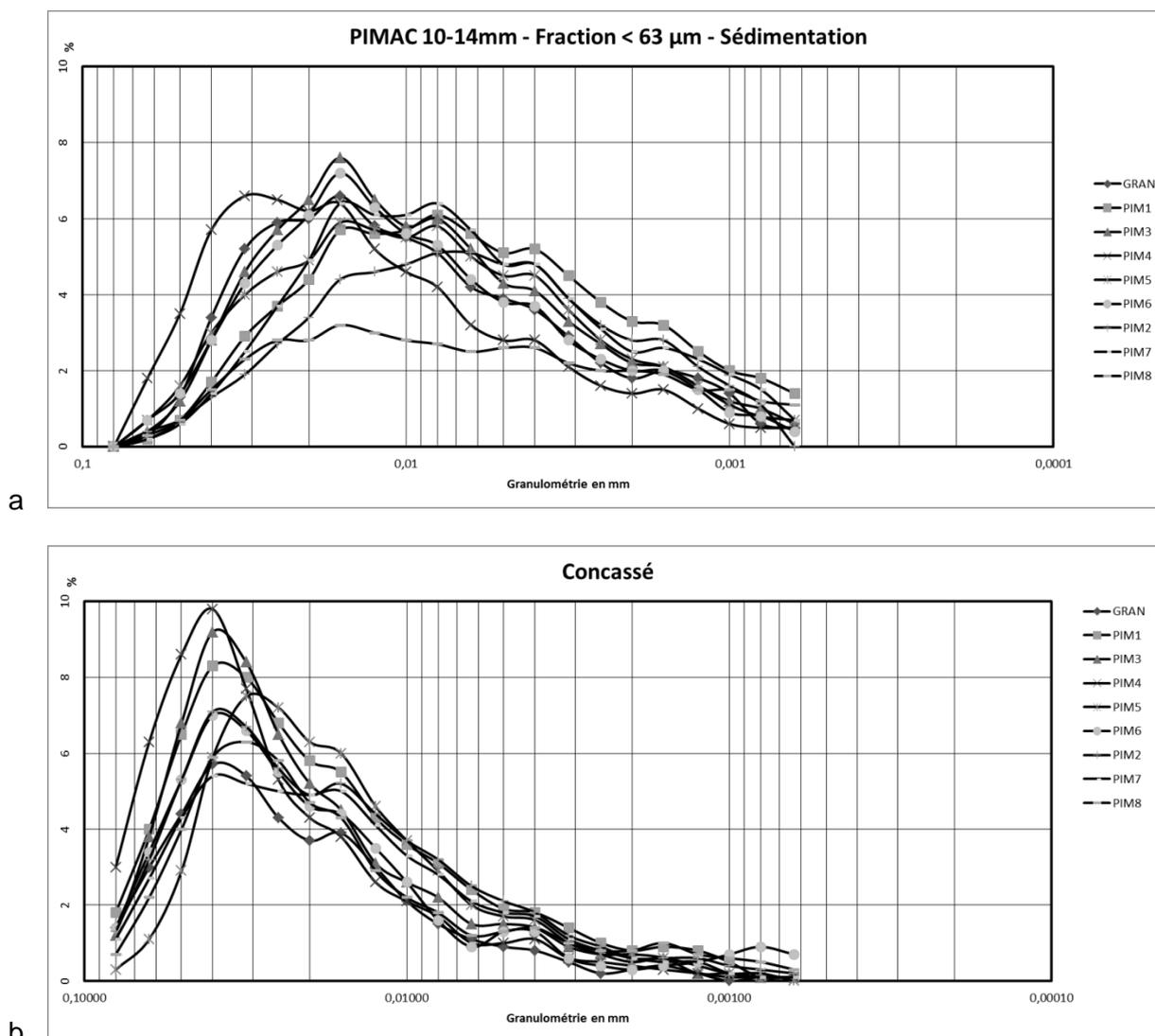


Illustration 21 – Comparaison entre les courbes de répartition granulométrique de la fractions inférieure à 63 µm produites au cours des essais d'attrition « PIMAC » (a) et le même matériau concassé (b)

#### 4.4.2. Comparaison avec l'essai micro-Deval

Pour ce test, des échantillons d'une masse de 500 g sont soumis à l'essai micro-Deval en présence d'eau (selon la norme NF EN 1097-1). Pour chaque échantillon, le coefficient micro-Deval<sup>12</sup> est déterminé et est comparé au taux d'inférieur à 2 mm produit au cours de l'essai d'attrition sur le même échantillon.

Le tableau 9 permet de comparer les résultats obtenus.

En rouge dans le tableau : les échantillons sont classés du moins friable au plus friable.

Références échantillon	Coefficient micro-Deval	Essais d'attrition « PIMAC » taux d'inférieur à 2 mm			Commentaires
		Prise 1 kg	Prise 2 kg	Prise 2,5 kg	
GRAN	12,1 5	1,97 7	3,34 7	3,46 8	MDE bas / Attrition forte
PIM1	11,3 3	1,34 3	1,94 3	1,85 2	MDE bas / Attrition faible
PIM2	9,2 2	1,10 1	1,53 1	1,66 1	MDE bas / Attrition faible
PIM3	8,3 1	1,81 5	2,42 4	2,32 4	MDE bas / Attrition moyenne
PIM4	22,6 8	2,29 9	4,39 9	3,62 9	MDE moyen / Attrition forte
PIM5	34,5 9	2,14 8	3,57 8	2,73 7	MDE haut / Attrition forte
PIM6	13,3 6	1,79 4	2,61 6	2,58 6	MDE bas / Attrition moyenne
PIM7	11,8 4	1,24 2	1,87 2	1,98 3	MDE bas / Attrition faible
PIM8	20,5 7	1,92 6	2,53 5	2,54 5	MDE moyen / Attrition moyenne

Tableau 9 – Comparaison entre les taux des fractions inférieures à 2 mm produits au cours des essais d'attrition « PIMAC » et le coefficient micro-Deval du même matériau

Le lien entre l'essai d'usure micro-Deval et l'essai d'attrition PIMAC n'est pas établi. Parmi les trois échantillons qui ont le meilleurs coefficient micro-Deval, deux (PIM1 et PIM2) produisent de faibles rendement par attrition. Mais par ailleurs l'échantillon PIM3 est nettement plus sensible à l'attrition qu'à l'usure micro-Deval et à l'inverse, certains échantillons (PIM7 et PIM8) semblent plus affecté par l'usure micro-Deval que par l'attrition.

Ces résultats ne peuvent être comparés en valeurs absolues, mais ils font néanmoins apparaître que les processus mécaniques d'usure sur les granulats au cours de l'essai micro-Deval sont différents de ceux agissant au cours de l'essai PIMAC. Il n'est donc pas possible, à partir des résultats de l'essai micro-Deval, de déduire si un échantillon va libérer plus ou moins de particules fines par attrition.

<sup>12</sup> Le coefficient micro-Deval correspond au taux, en masse, d'inférieurs à 1,6 mm produits au cours de l'essai.

#### 4.4.3. Conclusion des essais comparatifs

Les essais complémentaires et comparatifs entre le protocole d'attrition « PIMAC » le broyage et l'essai micro-Deval avaient pour principal but de montrer le caractère spécifique de la méthode proposée. L'analyse des produits issus des différents échantillons et méthodes mises en œuvre mettent en avant des différences sensibles :

- Au cours d'une opération de broyage, les particules les plus fines en dessous de 20 µm, 10 µm, 5 µm et 2 µm qui représentent les populations recherchées par rapport à la typologie des particules OMS, sont plus faiblement représentés,
- La comparaison entre l'essai d'usure micro-Deval et l'attrition montre que les mécanismes complexes œuvrant au cours de ces essais sont différents. Il est donc difficile de considérer qu'un matériau présentant un faible coefficient micro-Deval présentera également une faible capacité à libérer des particules fines par simple attrition.

Les caractéristiques d'un échantillon de roche naturel sont trop nombreuses pour permettre une anticipation maîtrisée de son comportement par rapport aux effets de frottements et d'usures subits au cours de son transport ou sa mise en œuvre. La taille, la dureté, la morphologie et la proportion des minéraux qui composent la roche, font partie de ces paramètres, la cohésion de la roche, la granulométrie et l'angularité des éléments de roche en sont d'autres auxquels viennent se rajouter les contraintes mécaniques appliquées aux matériaux (la liste n'est pas exhaustive).

#### 4.5. CONCLUSION ET BILAN DE LA PHASE DE PARAMETRAGE DE L'ESSAI D'ATTRITION

Le paramétrage du protocole d'attrition par la méthode proposée dans le projet « PIMAC » a nécessité différentes séries de tests pour, d'une part, calibrer la méthodologie et, d'autre part, valider les résultats obtenus par rapport à l'objectif recherché. Au total 80 essais d'attrition, 20 essais complémentaires de broyage et micro-Deval, 60 analyses granulométriques et micro-granulométriques, 9 échantillons différents ont fourni les résultats pour définir un mode opératoire cohérent.

Ce travail a conduit à établir une configuration permettant de répondre aux objectifs initiaux : provoquer artificiellement sur un matériau naturel, la libération par frottement de particules fines en utilisant l'appareillage de l'essai d'usure micro-Deval, les dimensions et la répartition des particules générées par l'essai sont compatibles avec les caractéristiques des particules OMS.

**Le protocole d'attrition « PIMAC » est donc proposé comme suit:**

**1- Durée de l'essai: 30 min**

**2 - Vitesse de rotation de la machine Micro Deval: vitesse nominale de 100 tr/min**

**3 - Masse de la prise d'essai :**

**Sur les produits finis:**

**- 2 kg pour les calibres granulats 6,3-10 et 10-14 mm (petite jarre)**

**- 2 kg pour le calibre béton 4-20 mm (petite jarre)**

**- 5 kg pour le calibre ballast 25-50 mm (grande jarre)**

**Sur les matériaux bruts:**

**- 2 kg sur du tout-venant calibré 10-50 mm (petite jarre)**

**- 5 kg sur du tout-venant calibré 20-50 mm (grande jarre)**

La procédure opératoire détaillée est présentée en annexe 5.



## 5. Paramétrage de l'extraction et de la récupération des produits de l'attrition

Le paramétrage de la seconde phase du protocole a été défini sur la base d'environ 40 essais supplémentaires. Outre les 9 échantillons utilisés pour les essais d'attrition, un échantillon supplémentaire est introduit dans la série : la serpentine à chrysotile.

L'objectif fixé étant de récupérer sur un filtre un échantillon des particules les plus fines produites au cours de l'essai et que celles-ci soient représentatives du matériau initial. Il pourra ainsi en être déduit une capacité d'un matériau à libérer des fibres amiantifères ou de fragments de clivage assimilables à des fibres d'amiante au sens de la norme NF X 43-050 et de l'OMS ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  ;  $L/D > 3$ ).

La méthode consiste à pomper l'air contenu dans la jarre en fin d'essai d'attrition et de récupérer sur un filtre les particules en suspension au sein de la jarre.

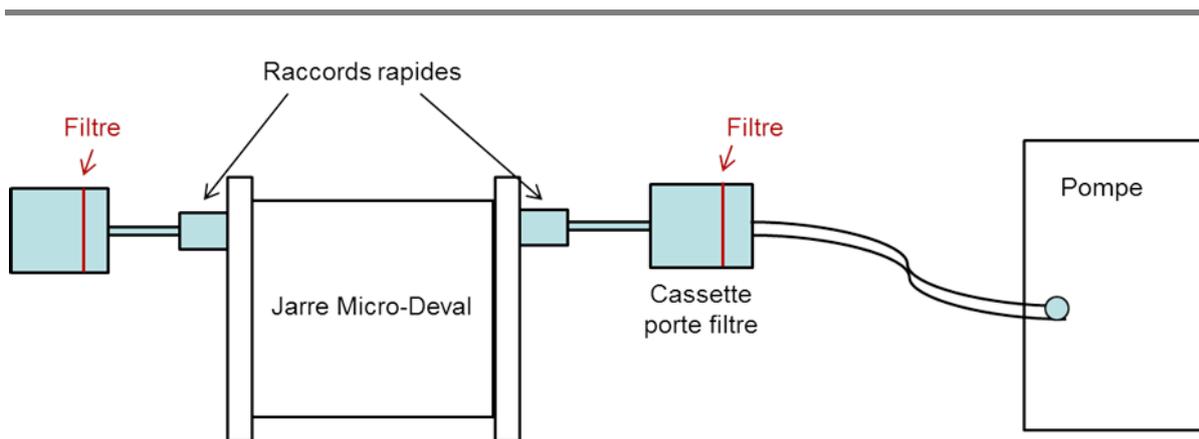


Illustration 22 – Schéma de principe pour le prélèvement des poussières au sein de la jarre après la phase d'attrition

Le montage est présenté dans l'illustration ci-dessus. Un raccord rapide de type « air comprimé » est installé sur le perçage périphérique du couvercle en lieu et place de la vis d'obturation. Une cassette équipée de filtres à membrane de diamètre 37 mm (des filtres en ester de cellulose avec un diamètre de pores de  $0,45\mu\text{m}$ ), tels que présentés dans la norme XP X 43-269 – Annexe 1, y est raccordé. La cassette est orientée de manière à filtrer l'air pénétrant dans la jarre pour ne pas polluer l'échantillon prélevé par des particules présentes dans l'air du laboratoire. De même, un second raccord rapide est vissé sur le fond de la jarre et une seconde cassette y est branchée, cette fois équipée d'un filtre destiné au prélèvement de l'échantillon. Sur la face opposée, la cassette est reliée à une pompe de prélèvement à débit régulé de type de celles utilisées pour les prélèvements d'air ambiant dans le cadre des échantillonnages amiantes.

L'installation a été testée préalablement pour en valider le principe. Ce test a mis en évidence que quatre variables devaient faire l'objet d'ajustements pour obtenir un filtre aux qualités requises pour les analyses :

- Le temps d'attente entre la fin de l'essai d'attrition et le début du prélèvement des poussières contenues dans la jarre, ou temps de repos
- La durée du prélèvement,
- Le débit de la pompe,
- la géométrie de la cassette de prélèvement.

Plusieurs séries d'essais ont été nécessaires pour obtenir un résultat satisfaisant et les différents paramètres ont fait l'objet de tests.

- En fin d'essai d'attrition, la jarre est placée sur un support approprié en forme de V, les orifices prévus pour le pompage de l'air chargé en particule de la jarre en position haute. Le calage des orifices de la jarre : afin d'améliorer le brassage de l'air contenu dans la jarre, le couvercle est positionné de manière à ce que les deux orifices périphériques (base et couvercle de la jarre) forment un angle de 60°, tel que présenté dans le schéma ci-contre.

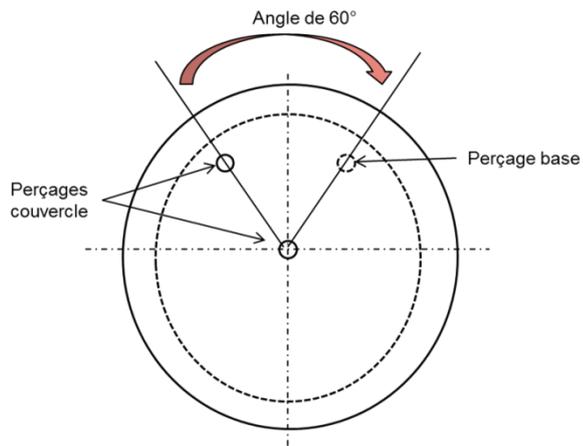


Illustration 23 – Schéma de positionnement du couvercle de la jarre

- Un temps de repos de la jarre entre la fin de l'essai d'attrition et le début du pompage doit être respecté pour permettre aux particules les plus grossières de sédimenter au fond de la jarre. Ce temps d'attente, initialement de 5 min, a été réduit à 3 min pour être finalement ramené à 10 minutes.

- Le débit et la durée de pompage sont calibrés au départ de manière à pomper environ trois fois le volume de la jarre ou de 4 à 5 fois le volume d'air présent dans la jarre chargée avec un échantillon, soit environ 15 litres d'air. Plusieurs configurations sont testées. Initialement la pompe a été étalonnée avec un débit de 10 l/min, puis rapidement réduit de 7 l/min. Cette configuration ne convenait pas en raison de la formation de petits amas de poussières sur le filtre. Le débit est donc abaissé à 4 l/min dans un premier temps pour éviter les filtres trop chargés en poussières pour les laboratoires d'analyses. Un étalonnage à 3 l/min permet finalement d'obtenir des filtres sans formation de petits amas de particules et une charge raisonnable pour les traitements en laboratoire d'analyses.

La durée de la phase de pompage est à chaque fois définie pour maintenir un volume d'air prélevé de 15 litres. Avec un débit de 3 l/min, le temps de pompage est donc fixé à 5 minutes.

- Le dernier ajustement concerne la nature et la géométrie des cassettes porte filtre. Au départ, des cassettes à 3 étages en Styrène acrylonitrile transparents ont été utilisées. Elles ont permis de faire tous les essais sur le débit et le temps de pompage. Elles sont évidemment utilisées en mode cassette fermée. Malgré les précautions prises par rapport au débit et au

temps de pompage, cette géométrie ne permet pas d'obtenir une distribution uniforme des particules prélevées sur le filtre.

Améliorer la répartition des particules sur le filtre, par la modification des cassettes porte-filtre, est la piste qu'il est choisi d'explorer. Objectif : créer une petite chambre de dispersion en amont du filtre par ajout d'entretoises sur la cassette. Cette option s'est avérée payante et favorise une distribution uniforme des poussières collectés.

Enfin, et pour éviter tous les effets liés aux charges électrostatiques et aux joints des entretoises, les cassettes en styrène sont remplacées par des cassettes en polypropylène chargé en carbone et une entretoise unique et lisse est réalisée en aluminium.

Ces différents ajustements sont présentés dans les illustrations suivantes :

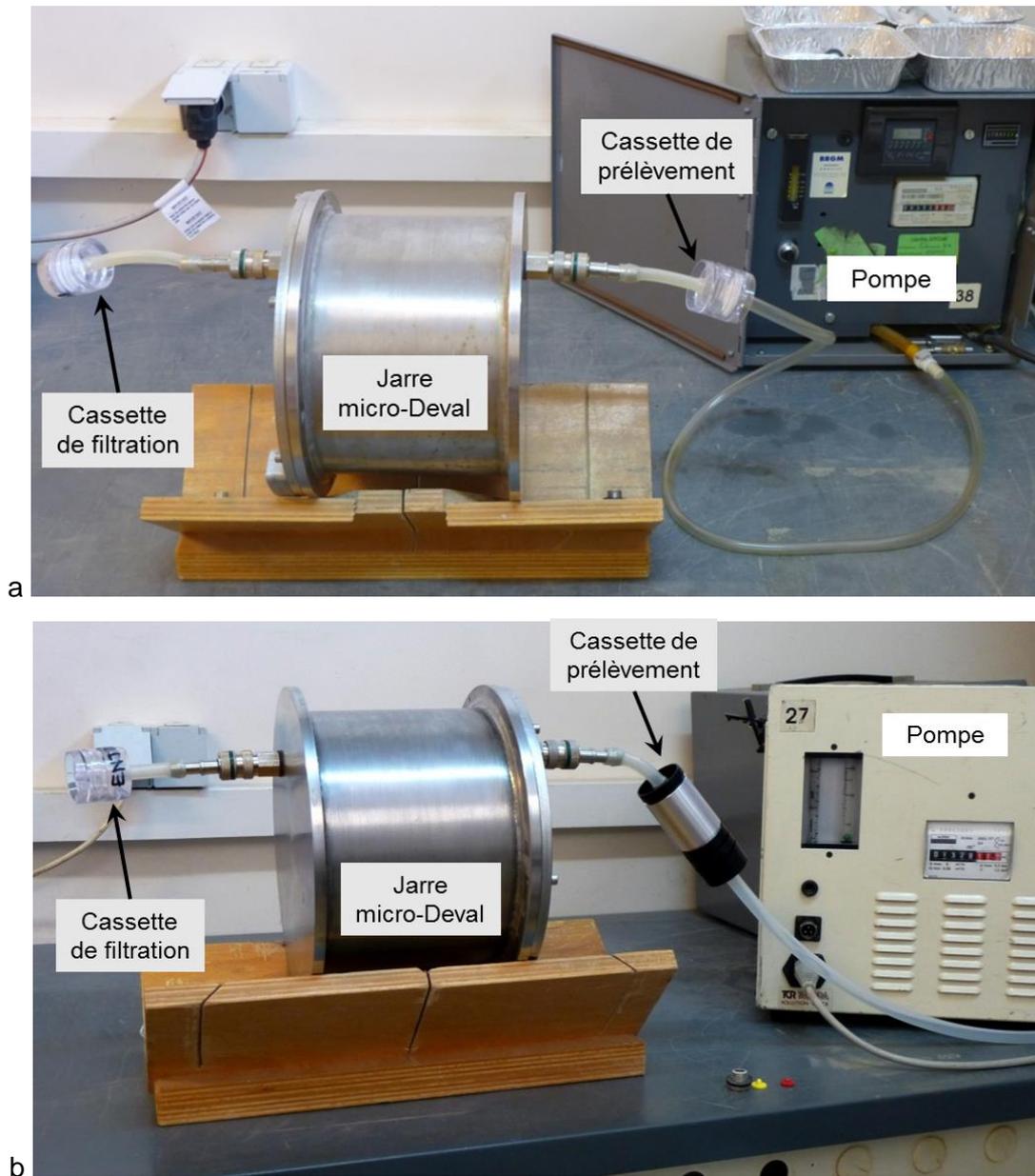


Illustration 24 – Installation de pompage des particules contenues dans la jarre : au début des tests (a) et dans sa configuration finale (b)

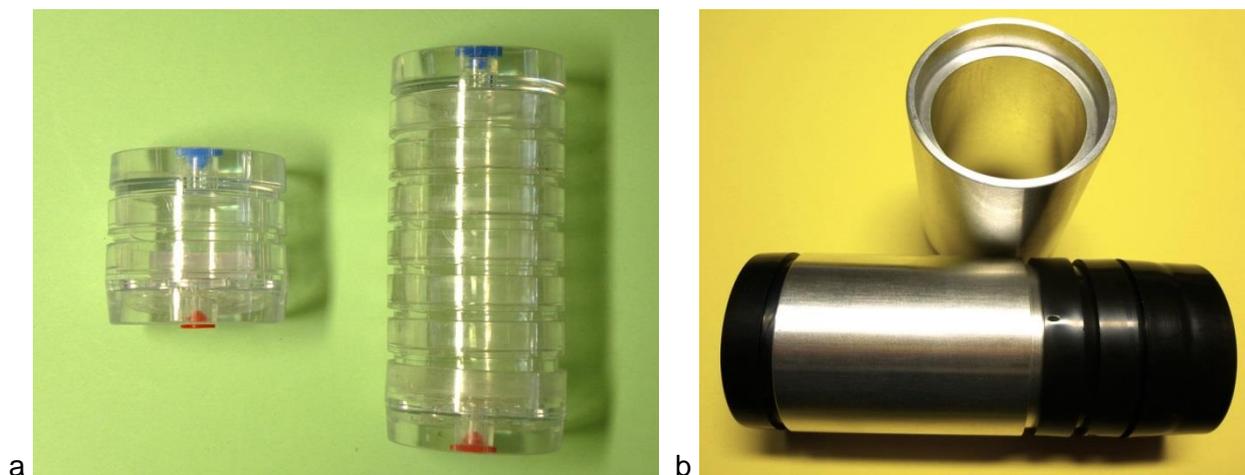


Illustration 25 – Cassettes de prélèvement : (a) cassettes initiales en styrène simple et « ralongée » et (b) cassette finale en polypropylène chargé en carbone avec entretoise en aluminium (chambre de dispersion)

Les filtres utilisés sont en ester de cellulose avec un diamètre de pores de  $0,45\ \mu\text{m}$  tels que ceux utilisés pour les prélèvements liés à la méthode analytique META (cf. norme XP X 43-269 – chapitre 6.1.



Illustration 26 – Aspect des filtres : (a) situations initiales avec un débit de pompe à 7l/min + cassette courte puis avec un débit de 4 l/min + cassette avec chambre de dispersion et (b) situation finale avec un débit de 3 l/min et une cassette en polypropylène chargé en carbone et entertoise en aluminium

Les différents ajustements réalisés sur les temps de repos et de prélèvement, sur la géométrie et la configuration des outils de prélèvement des poussières, permettent d'obtenir une répartition homogène des dépôts de particules sur le filtre de prélèvement. En ce qui concerne la charge des filtres, si celle-ci était bien visible au cours des premiers essais, elle ne l'est plus à

l'œil nu, dans sa configuration finale. Cependant, les vérifications faites sur les filtres obtenus montrent une charge en masse de particules homogène et dispersée, qui reste cependant élevée, dans la fourchette des échantillons issus de prélèvements amiante dans l'air des lieux de travail, pour les laboratoires d'analyses.

Sur une série d'essais sur les 9 échantillons de l'étude, les quantités de particules récoltées sur les filtres ont été pesées afin de disposer d'une information quantitative des masses disponibles sur le filtre.

Références échantillons	GRAN	PIM1	PIM2	PIM3	PIM4	PIM5	PIM6	PIM7	PIM8
Masse de poussières sur le filtre (mg)	4,6	1,2	1,8	4,0	3,8	2,2	2,8	3,2	1,8

Tableau 10 – Masse de poussières prélevées sur les filtres

Les masses récupérées peuvent présenter des variations sensibles. Si ces chiffres ne sont donnés qu'à titre indicatif (une seule mesure par échantillon), ils montrent malgré tout que les écarts importants observables sont une difficulté pour le traitement des échantillons par les laboratoires d'analyse d'échantillons d'amiante dans l'air.

**Le protocole de la phase d'extraction de poussières après attrition « PIMAC » est donc proposé comme suit:**

- 1 - Temps de repos après la fin de la phase d'attrition : 10 min**
- 2 - Durée de la phase de pompage : 5 min**
- 3 - Débit de la pompe : 3 l / min**
- 4 - Décalage de 60 ° des prises d'air sur la jarre**
- 5 - Géométrie de la cassette porte-filtre avec chambre de dispersion**

La procédure opératoire détaillée est présentée en annexe 5.



## 6. Validation par l'analyse et la caractérisation des filtres de prélèvement

Pour la validation finale du protocole, il est nécessaire d'effectuer des analyses précises permettant de confirmer ou non la présence de fibres amiantifères ou de fragments de clivage assimilables au sens de la norme NF X 43-050 et de l'OMS ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  ;  $L/D > 3$ ).

Il s'agit, en particulier, de mettre en relation les observations faites sur les échantillons initiaux avec celles qui peuvent être réalisées sur les poussières prélevées après l'essai d'attrition.

Cette opération est réalisée à l'aide de deux Microscope Electronique à Balayage Analytique : MEB TESCAN MIRA XMU + EDS EDAX TEAM (HV = 25 kV et 10 kV) et MEB HITACHI S4500 + EDS OXFORD Inca, détecteur SiLi à HV = 15 kV.

Pour cela, la surface des plaquettes est observée en mode « électrons secondaires » (permettant de visualiser un contraste de topographie) et/ou en mode « électrons rétrodiffusés » (permettant de visualiser un contraste de composition chimique), à un grandissement suffisant pour observer des fibres de dimensions sub-micrométriques. Des images en électrons rétrodiffusés (BSE) sont réalisées pour chaque échantillon à des agrandissements adaptés.

Les microanalyses sont effectuées par spectrométrie de rayons X (EDS) sur les objets présentant une morphologie fibreuse ou assimilée (fragments de clivage)

Les premières observations sont faites directement sur les filtres prélevés en fin de l'essai d'attrition, mais la lecture directe des filtres de prélèvement au MEB pose différents problèmes:

- La quantité, parfois importante, de poussières récoltées sur les filtres provoque de nombreux empilements de particules,
- Le manque de dispersion des poussières sur le filtre conjugué à la quantité importante de particules minérales non qualifiées « fibres » caractéristique des matériaux naturels,
- La grande finesse des particules recherchées, d'une taille souvent inférieure à quelques microns.
- L'instabilité du support : le filtre ne résiste que difficilement au faisceau d'électrons du MEB.

Les filtres sont difficilement exploitables lors des premiers essais (cf. illustration suivante). Différents tests ont été menés afin de pouvoir disperser correctement les particules sur un support compatible et stable pour une lecture au MEB.

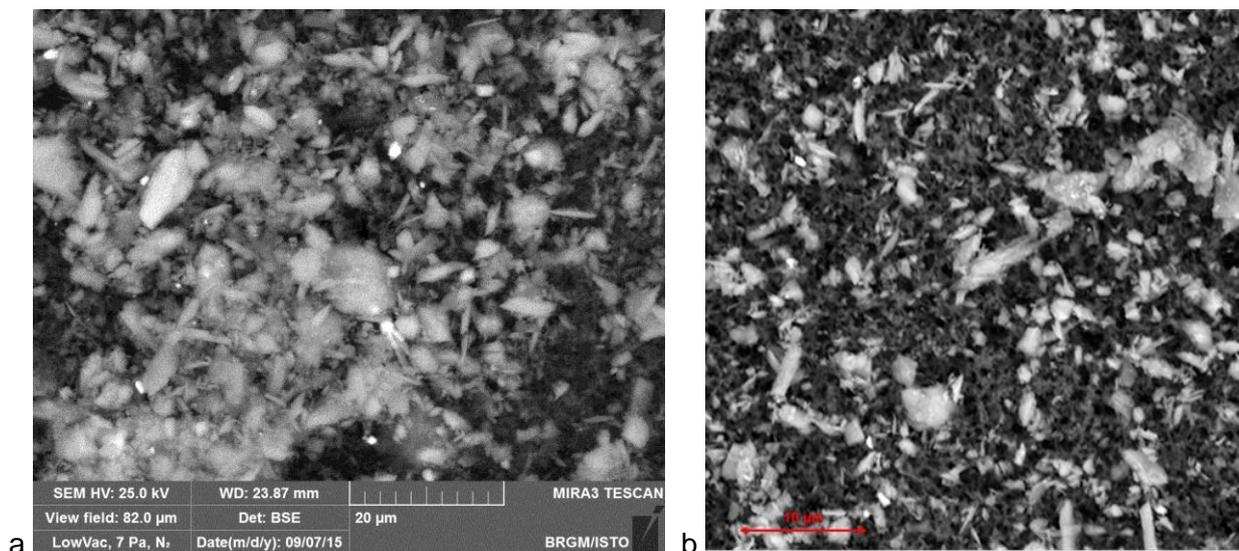


Illustration 27 – Aspect des premiers filtres observés au MEB : (a) forte densité de particules et (b) finesse des particules

## 6.1. PREPARATION DES FILTRES POUR OBSERVATION EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ANALYTIQUE (MEB-A)

Un protocole de préparation compatible avec les observations sous MEB est mis au point pour récupérer les particules présentes dans la jarre sur les filtres. Il a été défini dans le cadre spécifique du présent projet pour permettre un accès rapide à l'information, mais n'a pas la prétention de s'imposer comme méthode de référence. Il n'est donc pas repris dans la procédure opératoire détaillée présentée en annexe 2.

Le protocole opératoire proposé est le suivant :

- Découpe en deux du filtre au scalpel,
- Calcination d'une moitié de filtre dans un creuset en platine et au four à 600 °C durant 2 heures,
- Mise en suspension des cendres dans de l'alcool avec passage aux ultrasons durant 5 min,
- Prélèvement à la micropipette d'une partie de la suspension déposée sur un disque de graphite pré-poli, et séchage,

La méthode est inspirée des procédures de préparations présentées dans la norme NF ISO 22262 sans en reprendre l'ensemble des détails.

Le protocole de traitement des filtres de prélèvement tel que présenté ci-dessus permet globalement une bonne dispersion des particules, même si de petits amas de particules subsistent sur plusieurs échantillons traités. En ce qui concerne le support en graphite, un dépôt de 10 nm de carbone est réalisé à l'aide d'un évaporateur carbone en vide secondaire (CRESSINGTON 208 Carbon) afin de rendre la surface conductrice. Ce support très stable sous le faisceau du MEB est adapté pour une observation de poussières prélevées, sous MEB-A, dans de bonnes conditions.

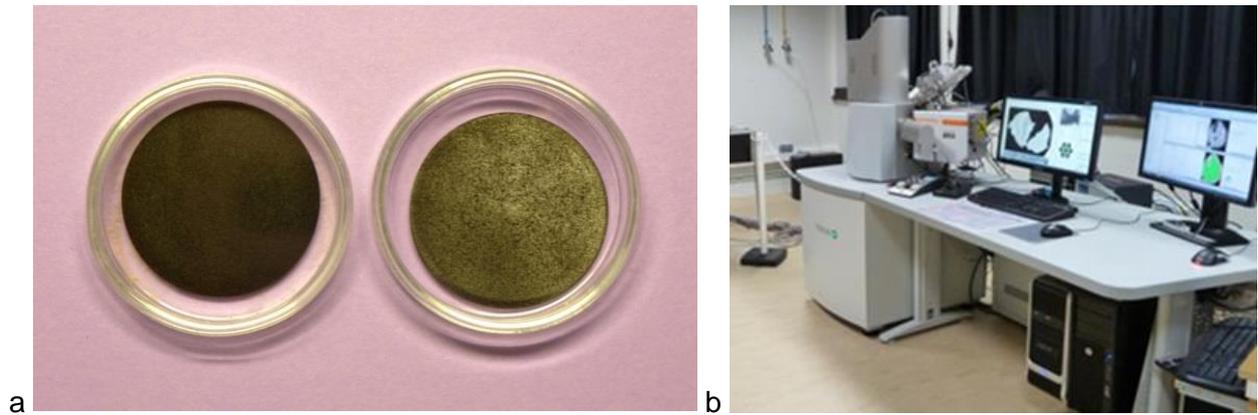


Illustration 28 – (a) Disques de graphite pré-polis : à gauche vierge - à droite chargé  
(b) Microscope électronique à balayage du BRGM : MEB TESCAN MIRA XMU

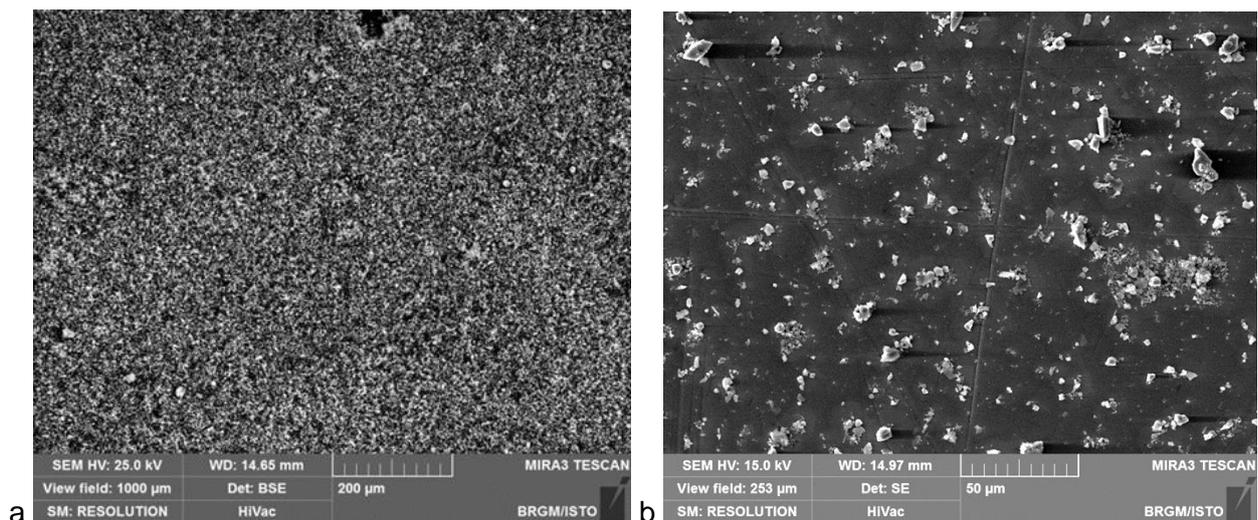


Illustration 29 – (a) Particules sur le filtre de prélèvement  
(b) Particules déposées sur un disque de graphite

## 6.2. RESULTATS DES OBSERVATIONS SOUS MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ANALYTIQUE (MEB-A)

Pour la validation finale de la méthode de préparation, des filtres sont récoltés et préparés suivant le protocole présenté au chapitre précédent. La validation porte sur la totalité des 10 échantillons utilisés pour la mise au point des phases précédentes.

Le tableau 11 permet de comparer les observations macroscopiques faites initialement sur les échantillons, l'examen des lames minces sous microscope optique et les observations réalisées avec le MEB-A sur les particules récoltées sur les filtres après l'essai d'attrition.

Références échantillon	Diagnostic macroscopique : microscopie optique sur lame mince	Observation au MEB-A : caractéristiques des particules libérées au cours de l'essai d'attrition
<b>GRAN</b>	Granodiorite - sans amphiboles	Très rares particules allongée qui ne sont pas des amphiboles
<b>PIM1</b>	Amphibolite rétomorphosée – pas d'amphiboles observées en lame mince	Très nombreux fragments de clivage possiblement de type magnésio-hornblende plus ou moins réguliers et peu allongés
<b>PIM2</b>	Gneiss/Amphibolite - amphiboles en amas orientés mais sans forme fibreuse	Particules allongées d'amphiboles, de type fragment de clivage régulier
<b>PIM3</b>	Amphibolite à hornblende - amphiboles prismatiques, aciculaires et fibreuses en petit faisceaux	Particules allongées d'amphiboles de type fragments de clivage irréguliers
<b>PIM4</b>	Amphibolite à hornblende – amphiboles bien présentes en cristaux prismatiques mais sans forme fibreuse	Fréquentes particules allongées d'amphiboles de type fragments de clivage irréguliers
<b>PIM5</b>	Amphibolite à actinolite - amphiboles confirmée peu abondantes et rarement fibreuses, en petits amas de cristaux trapus	Rares particules allongées d'amphiboles : de type PMA et fragments de clivage
<b>PIM6</b>	Amphibolite à actinolite - amphiboles abondantes en amas et cristaux isolés trapus à allongés et en amas et gerbes fibreuses et effilochées	Particules allongées d'actinolite bien présentes: de type PMA et fragments de clivage avec des subdivisions
<b>PIM7</b>	Dolérite hydrothermalisée - amphiboles aciculaires isolées, en amas et en gerbes fibreuses	Assez nombreuses particules généralement bien allongées de type fragments de clivage parfois subdivisés
<b>PIM8</b>	Dolérite hydrothermalisée – Pas d'amphiboles observées	Rares particules allongées non identifiées de type fragments de clivage très irréguliers
<b>GACO</b>	Serpentine et péridotite serpentinisée - réseau de veinules et de veines de chrysotile	Fibres de chrysotile très présentes sous toutes les formes

Tableau 11 – Comparaison entre les observations macro et microscopiques sur lames minces et les résultats obtenus sur les poussières récoltées après l'essai d'attrition

Ce travail donne plusieurs résultats importants :

- Si des amphiboles présentes dans le matériau sont repérées soit par observation directe sur des morceaux, soit sous microscope optique à partir d'une lame mince, elles sont présentes dans les poussières générées par l'essai d'attrition. Ce constat est également valable pour des fibres franches d'amiante telles que le chrysotile de l'échantillon GACO.

- A contrario, des particules minérales allongées peuvent être présentes dans les poussières générées à partir d'un matériau totalement exempt d'amphiboles comme le montre l'échantillon GRAN ou PIM8. Cependant l'analyse confirme que ces particules sont souvent des micas et parfois d'autres minéraux présents dans la roche tels que le quartz.
- La relation quant à la quantité des minéraux susceptibles de générer des PMA ou des fibres observée macro ou macroscopiquement et la quantité de ceux effectivement présents dans les poussières n'est pas établie. Pour certains échantillons comme PIM1 les amphiboles n'ont pas été repérées en lame mince alors que le test PIMAC a mis en évidence un nombre important de PMA.
- La relation entre la forme des minéraux susceptibles de générer des PMA ou des fibres observée macro ou microscopiquement et la forme de ceux effectivement présents dans les poussières n'est pas établie. L'exemple de l'échantillon PIM3 est à ce titre démonstratif avec des faisceaux d'amphiboles aciculaires ou fibreuses visibles au microscope optique et des fragments de clivages irréguliers dans les poussières. A l'inverse, l'échantillon PIM4 qui ne montre que des amphiboles prismatiques en lame mince est relativement riche en PMA dans les poussières.

Ces résultats permettent de conforter l'intérêt de l'essai d'attrition suivant le protocole « PIMAC ». Ils montrent que l'essai met en évidence dans tous les cas la présence des minéraux susceptibles de générer des PMA ou des fibres. Ils montrent également l'intérêt, dans certains cas, de la prise d'échantillon d'une meilleure représentativité par rapport à un prélèvement très limité qui est susceptible de ne pas repérer les minéraux sensibles. Enfin, ils montrent que l'émissivité d'un matériau en particules amiantifères ou en fragments de clivage assimilables au sens de la norme NF X 43-050 et de l'OMS ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  ;  $L/D > 3$ ), ne peut se déduire de la présence ou non de ces minéraux.

De par ces résultats, l'essai d'attrition suivant le protocole établi, peut être validé dans son principe pour mettre en évidence l'émissivité d'un matériau rocheux, en particules amiantifères ou en fragments de clivage assimilables au sens de la norme NF X 43-050 et de l'OMS ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  ;  $L/D > 3$ ).

Ces résultats n'ont cependant pas fait l'objet d'une analyse très avancée, ce n'était pas l'objet du projet et le nombre limité des échantillons traités ne permet pas de pousser leur interprétation au-delà de ces premières observations.

L'ensemble des observations sous MEB-A sont présentées dans les illustrations des pages suivantes ainsi qu'en annexe 4 avec les spectres EDS.

*Remarque : Limite inhérente de la technique. Du fait de la résolution spatiale de l'analyse élémentaire EDS (de l'ordre de  $2\mu\text{m}$ ), les spectres présentés peuvent ne pas correspondre à la composition de la seule particule analysée, mais peuvent contenir des éléments provenant des particules situées à proximité immédiate ou sous-jacente, particules de dimension nanométrique.*

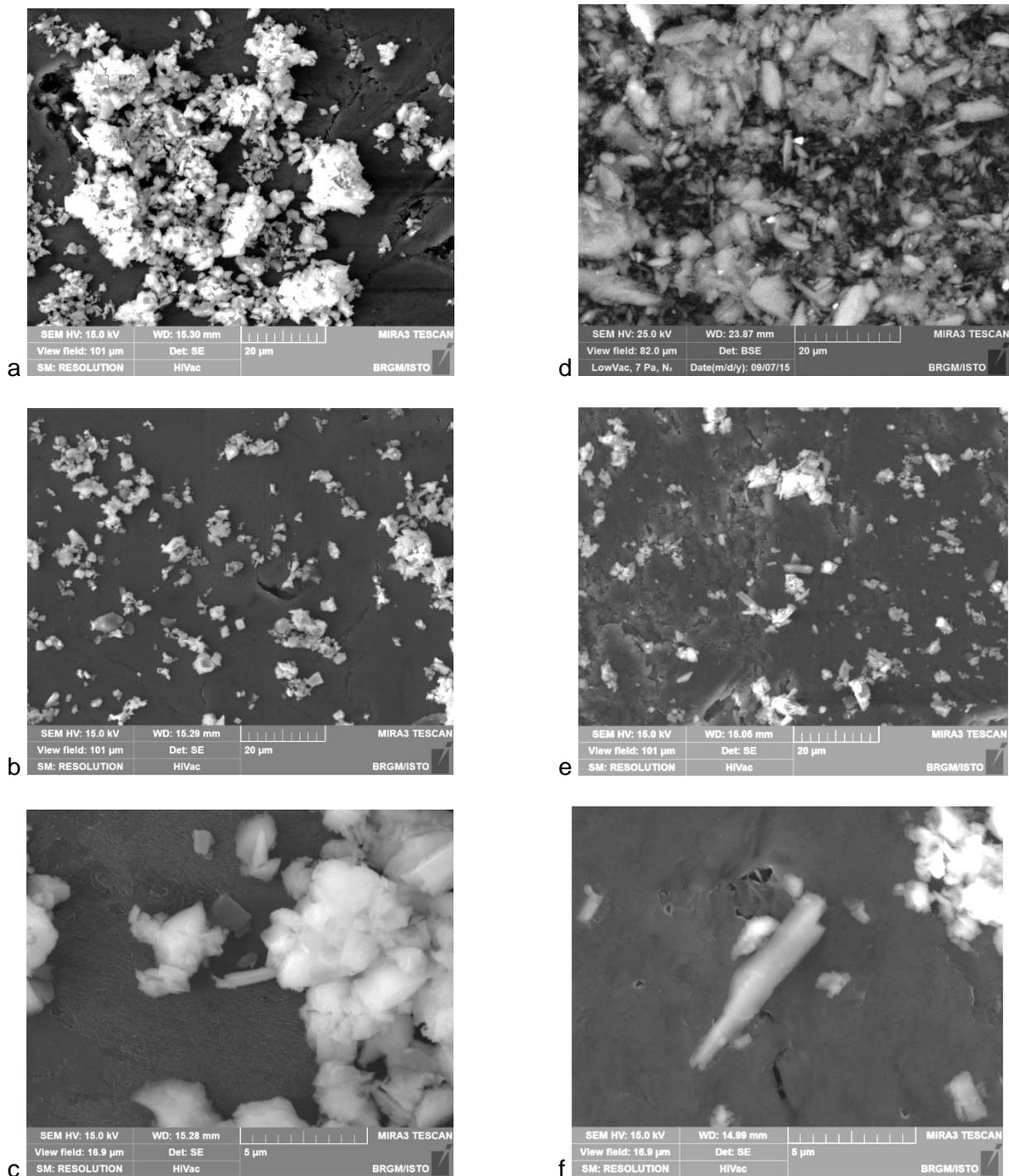


Illustration 30 – Particules des échantillons GRAN et PIM1

**Echantillon GRAN** : Rares particules allongées – pas d’amphiboles (a, b, c)

**Echantillon PIM1** : Très nombreux fragments de clivage – possiblement de type magnésio-hornblende de forme plus ou moins régulière (d, e, f)

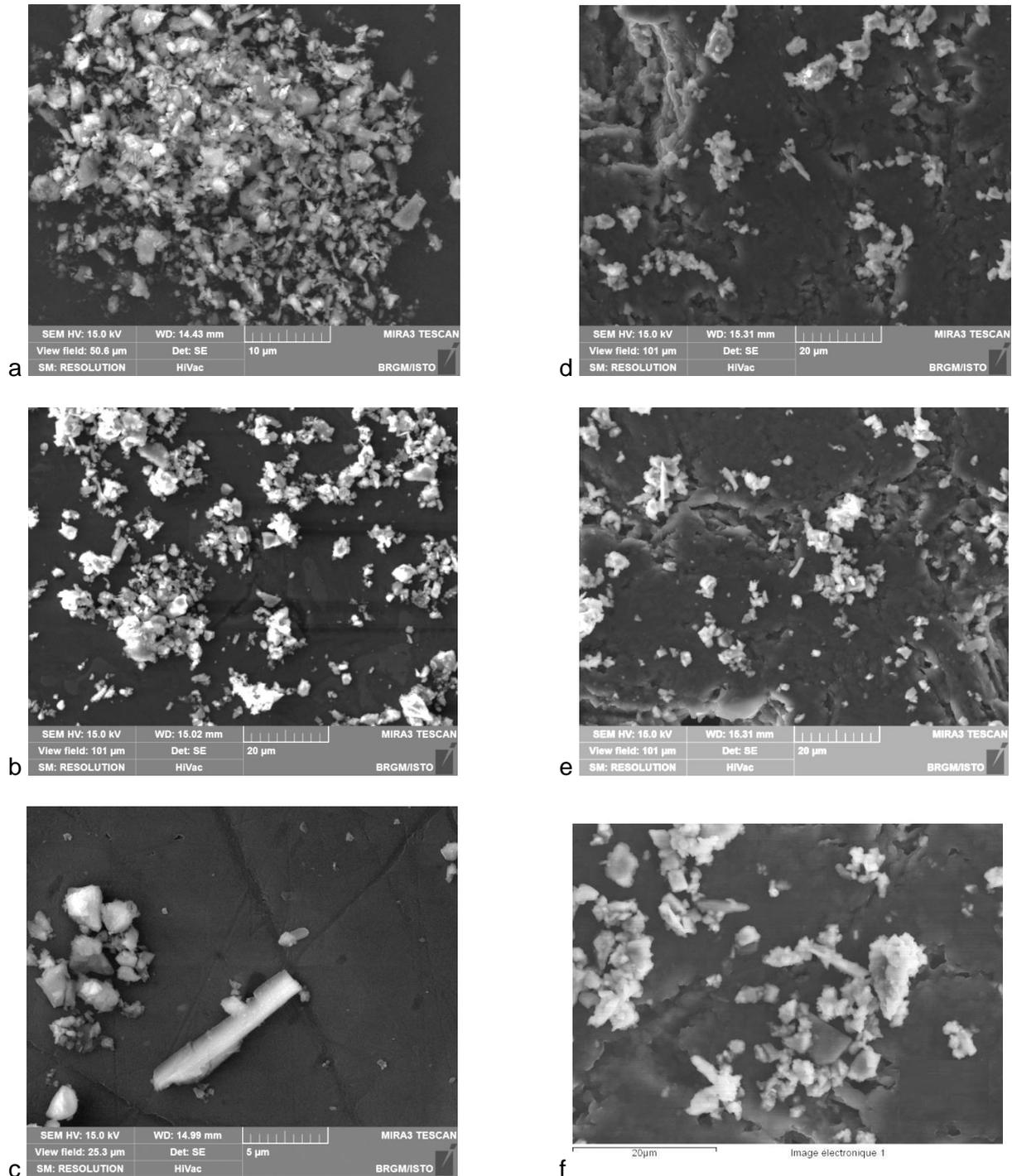


Illustration 31 – Particules des échantillons PIM2 et PIM3

**Echantillon PIM2** : Particules allongées – type fragment de clivage régulier (a, b, c)

**Echantillon PIM3** : Particules allongées d’amphiboles – type fragments de clivage aux formes irrégulières (d, e, f)

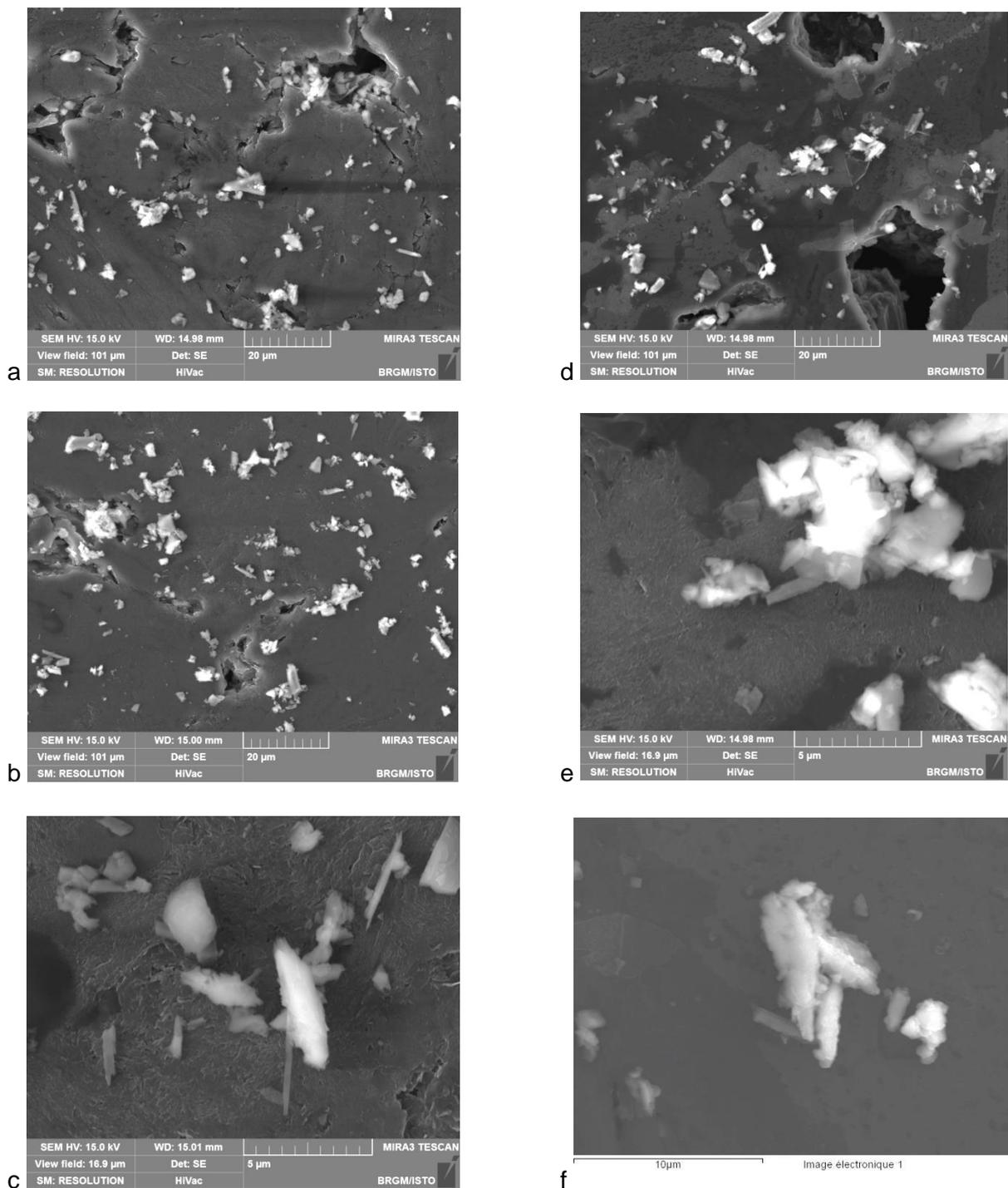
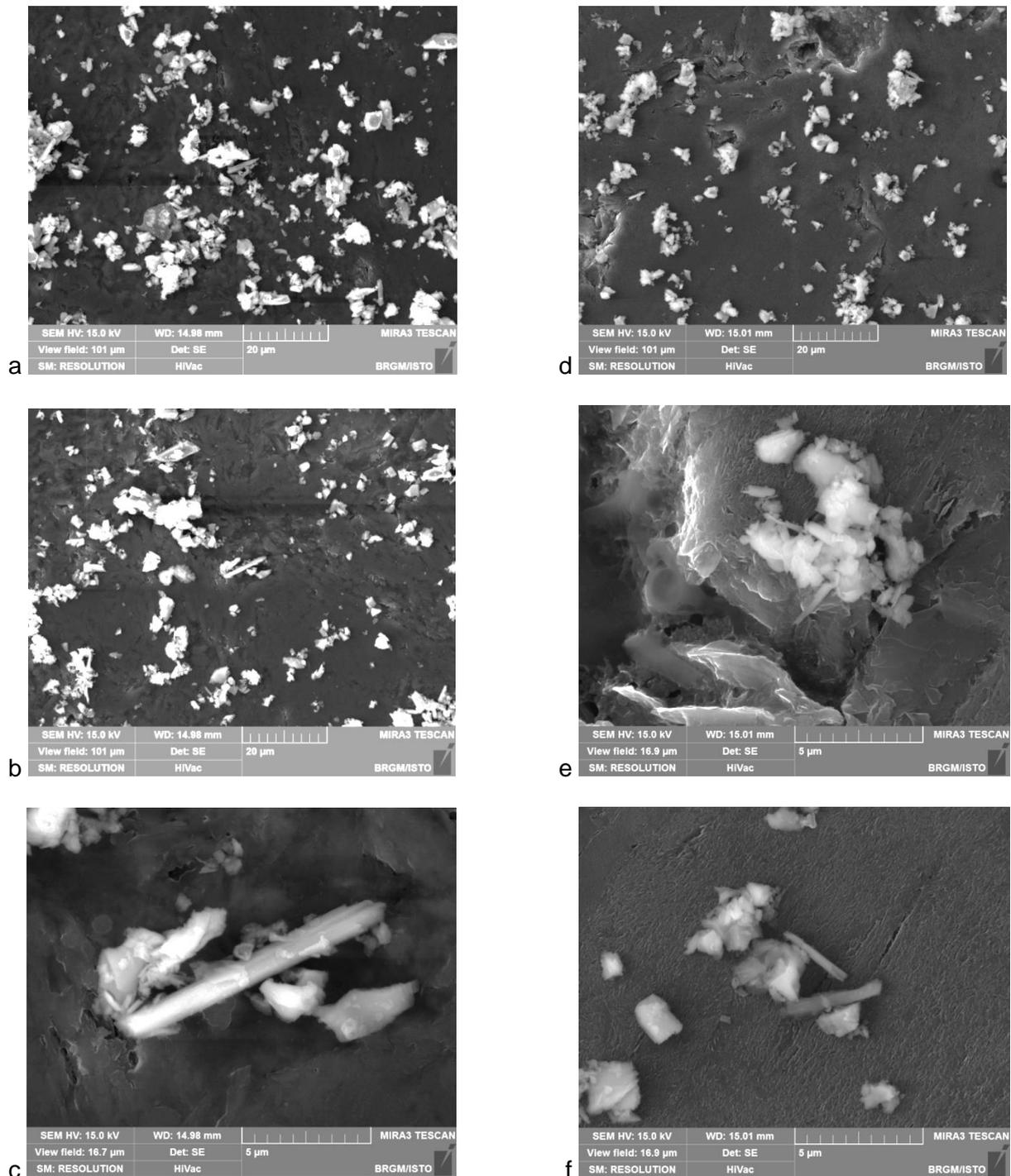


Illustration 32 – Particules des échantillons PIM4 et PIM5

**Echantillon PIM4** : Nombreuses particules allongées d’amphiboles – type fragments de clivage aux formes irrégulières (a, b, c)

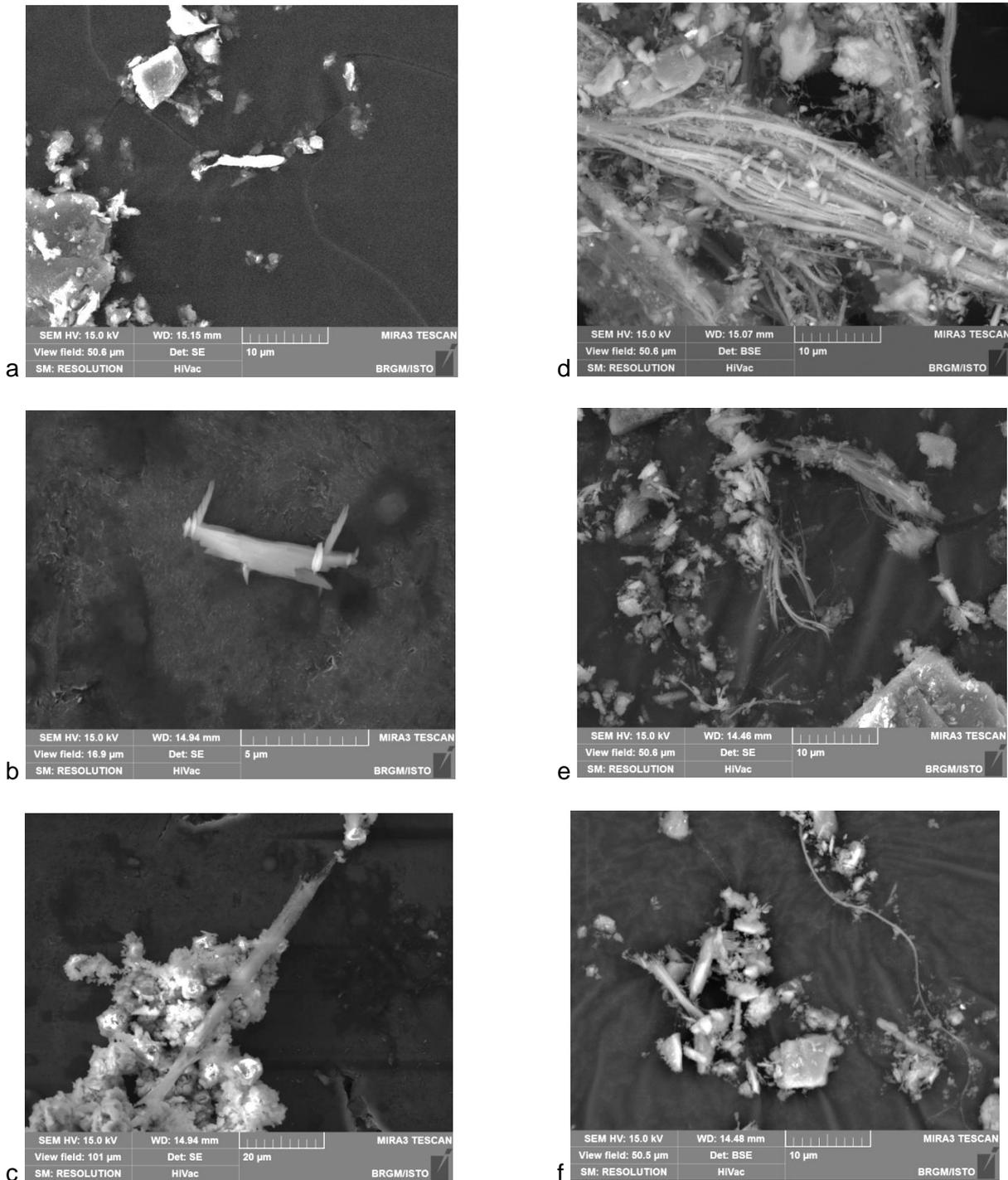
**Echantillon PIM5** : Rares particules allongées d’amphiboles – type PMA et fragments de clivage (d, e, f)



*Illustration 33 – Particules des échantillons PIM6 et PIM7*

**Echantillon PIM6** : Particules allongées d'actinolite – type PMA et fragments de clivage avec des subdivisions (a, b, c)

**Echantillon PIM7** : Particules allongées magnésio-hornblende ou actinolite – type fragments de clivage parfois subdivisés (d, e, f)



*Illustration 34 – Particules des échantillons PIM8 et GACO*

**Echantillon PIM8** : Rares particules allongées non identifiées – type fragments de clivage très irréguliers (a, b, c)

**Echantillon GACO** : Fibres de chrysotile abondantes sous différentes formes (d, e, f)

## 7. Bilan SECURITE de la méthode

### 7.1. NETTOYAGE DE LA JARRE ET RECUPERATION DES MATERIAUX

Après le prélèvement des poussières, la jarre contenant les restes de l'échantillon soumis à essai, ainsi que les poussières résiduelles, doit être vidée. Comme défini dans le cahier des charges initial, la jarre est remplie d'eau en fin d'essai, puis ouverte pour en extraire le matériau traité. La procédure détaillée est décrite dans procédure opératoire détaillée est présentée en annexe 3.

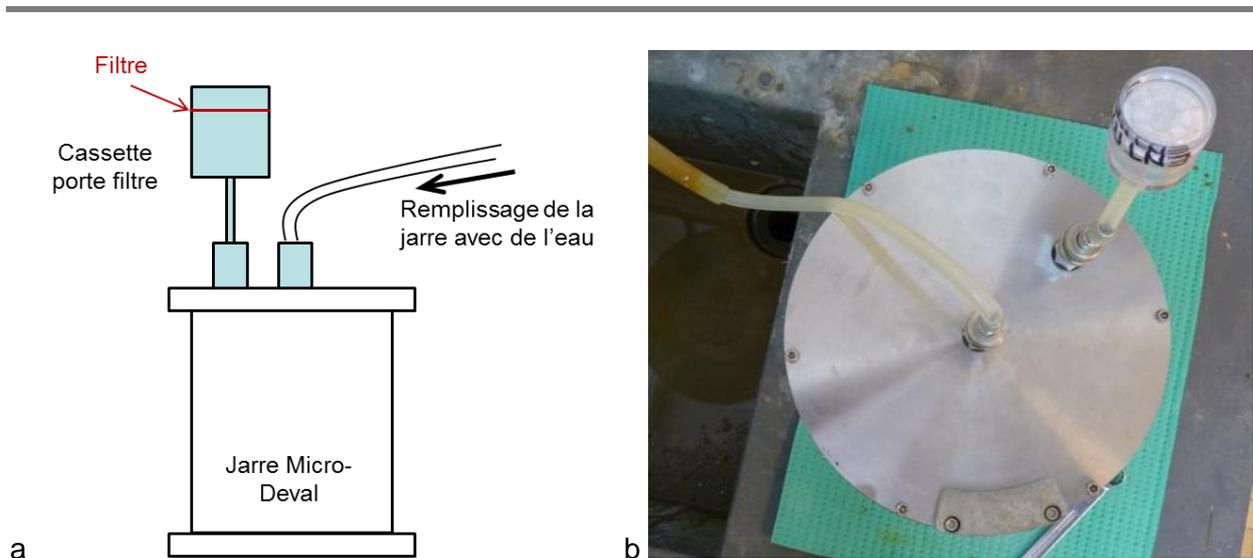


Illustration 35 – Schéma (a) et photo (b) de l'installation pour le remplissage d'eau de la jarre

Dans certain cas il peut être utile de récupérer l'échantillon, en totalité ou en partie (fraction fine) ; l'échantillon sous eau, sera tamisé à 2 mm et 63  $\mu\text{m}$ , la fraction inférieure à 63  $\mu\text{m}$ , en particulier pourra servir à des fins analytiques. Il conviendra de mettre en œuvre toutes les précautions et mesures de prévention et de sécurité liées à la possibilité de présence d'amiante en cas de séchage même partiel de l'échantillon.

Dans les cas où l'échantillon ne fait pas l'objet d'une étude complémentaire, il sera conditionné en fûts pour une mise en déchets potentiellement amiantifères.

Le nettoyage de la jarre ainsi que des éléments susceptibles d'avoir été en contact avec les poussières (joints, raccords, tuyaux), sont soigneusement lavées et séchés pour être opérationnels pour un essai suivant.



Illustration 36 – Résidu d'échantillon après essai d'attrition (a) et granulats lavées (b)  
Fraction 2 mm – 63  $\mu$ m (c) et inférieure à 63  $\mu$ m (d) après lavage

## 7.2. BILAN SECURITE DE LA METHODE

L'objectif secondaire du projet était de proposer une méthodologie qui puisse être mise en œuvre en toute sécurité par rapport à la réglementation vis-à-vis du risque « amiante ». La procédure opératoire est définie et le matériel utilisé adapté pour réaliser l'essai et son déconditionnement dans un environnement entièrement confiné. De ce fait l'essai peut être effectué dans tout laboratoire possédant le matériel adéquat, sans avoir l'obligation de disposer d'un local confiné et sans que les opérateurs soient revêtus des équipements de protections contre les poussières d'amiante.

Ce point nécessite cependant une validation des autorités compétentes avant mise en application.



**Les critères fixés au début du projet ont pu être tenus et mis en application :**

- 1 - Confinement de l'échantillon, dans une jarre fermée, durant tout le protocole opératoire d'attrition.**
- 2 - Mise en place de filtres sur un circuit fermé, sécurisé, pour la récupération des particules fines présent dans la jarre en fin d'essai d'attrition.**
- 3 - Récupération de l'échantillon et des résidus en fin d'essai en toute sécurité grâce à la mise en eau de la jarre, puis vidange et lavage de la jarre.**

**Les poussières fines générées à partir d'un matériau rocheux susceptible de contenir des particules amiantifères, ne peuvent donc être dispersées dans l'environnement des opérateurs.**

***La procédure opératoire présentée en annexe 3 définit l'ordre précis des différentes étapes opératoires permettant une réalisation complète de l'essai sans diffusion de poussières potentiellement chargées en particules amiantifères et donc, applicable dans n'importe quel laboratoire.***



## 8. Conclusions et perspectives de la méthode

Le projet avait pour ambition de mettre au point un Protocole pour l'Identification des Minéraux Amiantifères dans les matériaux de Carrière (PIMAC). Les travaux réalisés répondent à cet objectif et ouvrent également des perspectives quant à la nécessité de développer les outils métrologiques et proposer un cadre qui permettront de positionner un matériau dans un classement qui reste à définir.

Les conclusions par rapport aux différentes phases du processus sont présentées dans les paragraphes suivants, sur une base de travail de 10 échantillons de matériaux différents mis à disposition par des exploitants de carrières pour le projet.

### 8.1. DEFINITION DE L'ESSAI D'ATTRITION

Le processus d'attrition suivant le mode opératoire proposée répond aux objectifs initialement fixés : provoquer artificiellement sur un matériau naturel, la libération par frottement de particules fines en utilisant l'appareillage de l'essai d'usure Micro-Deval (norme européenne : NF EN 1097-1).

Moyennant de petites adaptations des jarres d'essai, les tests réalisés pour calibrer les différents paramètres du protocole d'attrition, permettent de définir un mode opératoire précis : une durée d'essai de 30 minutes à la vitesse nominale de l'appareillage micro-Deval et une prise d'échantillon de 2 kg pour les petits et moyen calibres, de 5 kg pour les gros calibres. Le caractère objectif et reproductible recherché de l'essai, représentativité de la prise d'échantillon et protocole de travail paramétré, est atteint dans les conditions opératoires ainsi définies.

Cette configuration génère une quantité de particules fines < 63 µm de 1,5 à 4,5 % par rapport à la masse totale de l'échantillon, les particules de taille inférieure à 20 µm représentant au moins les  $\frac{3}{4}$  des fines < 63 µm. Cette répartition granulométrique correspond aux caractéristiques des particules OMS ciblées.

Les comparaisons faites entre l'essai d'attrition, l'essai micro-Deval et un test de broyage, montre clairement la spécificité du processus physique provoqué par PIMAC.

### 8.2. EXTRACTION ET RECUPERATION DES PARTICULES FINES PRODUITES AU COURS DE L'ESSAI D'ATTRITION

La méthode d'extraction des poussières en suspension dans la jarre après l'essai d'attrition permet de récupérer les particules fines générées par le test. Ce prélèvement est effectué à l'aide d'une pompe raccordée à la jarre d'essai avec des raccords adaptés et étanches. La récupération des particules sur un filtre normalisé (des filtres en ester de cellulose avec un diamètre de pores de 0,45 µm) est compatible avec les caractéristiques des filtres habituellement traités par les laboratoires d'analyse d'échantillons d'amiante dans l'air.

De nombreux ajustements ont été nécessaires pour obtenir un filtre avec une charge en particule à la fois représentative, homogène et sans masse excessive.

Pour aboutir à ce résultat, la cassette porte-filtre est modifiée pour créer une petite chambre de dispersion et une période de repos de la jarre d'essai, entre la fin de l'essai d'attrition et le début du prélèvement des particules, de 10 minutes laisse le temps aux particules les plus grossières de sédimenter au fond de la jarre. Les prises d'air entrée et sortie sont décalées de 60 ° sur la jarre. La durée de la phase de pompage est calée à 5 minutes avec un débit de la pompe de 3L/min.

Cette phase du protocole, particulièrement délicate et essentielle pour l'interprétation des résultats, est valide pour les 10 échantillons utilisés pour le projet. Elle mérite d'être consolidée par son application sur d'autres échantillons et faire l'objet des ajustements nécessaires en cas de besoin.

### **8.3. VALIDATION DES RESULTATS**

Les poussières captées sur les filtres en fin d'essai d'attrition sont préparées et déposées sur un support compatible avec leur observation à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB-A) suivant un protocole spécifiquement mis en œuvre dans le cadre du projet.

Les observations effectuées au microscope électronique à balayage analytique (MEB-A) sur les poussières captées par les filtres montrent une corrélation sans équivoque entre la présence de minéraux aciculaires ou fibreux dans le matériau et la présence, dans les poussières collectées, de fibres ou de PMA. En revanche, l'abondance de fibres ou de PMA ne peut être déduite de la simple présence en plus ou moins grande quantité de minéraux susceptibles de générer des PMA ou des fibres. Il en est de même de la morphologie des fibres ou PMA générés par l'essai, qui ne se déduit pas de la morphologie de ces minéraux au sein de la roche. Le test négatif est également sans équivoque : il n'y a pas de fibre classée dans un matériau qui ne contient pas les phases à risque.

Ces observations semblent conforter l'hypothèse que l'essai d'attrition se définit comme un test d'émissivité d'un échantillon en particules nocives et que cette émissivité en particules amiantifères ou en fragments de clivage assimilables au sens de la norme NF X 43-050 et de l'OMS ( $L > 5\mu\text{m}$  ;  $D < 3\mu\text{m}$  ;  $L/D > 3$ ), ne peut être uniquement déduite par la présence ou non de ces minéraux.

### **8.4. BILAN GLOBAL DU PROTOCOLE**

L'essai PIMAC est validé dans son principe, à savoir la capacité d'un matériau rocheux à libérer des particules amiantifères ou des fragments de clivage assimilables (PMA), dès lors qu'il est soumis à des traitements et manipulations mécaniques (exemple : transport, stockage, mise en œuvre, altération ou érosion météorique). Le protocole semble pertinent pour une évaluation discriminante par rapport au caractère émissif d'un matériau. La masse de la prise d'essai de 2 ou 5 kg, du même niveau que pour les essais mécaniques usuels dans le domaine des granulats, garantit la représentativité du test.

En cas de besoin, il peut être utile de récupérer l'échantillon, en totalité ou en partie (fraction fine) en fin de protocole. Le matériau et les poussières générées au cours du test peuvent être prélevés pour toutes investigations complémentaires, dans des conditions garantissant la sécurité des opérateurs vis-à-vis du risque « amiante ».

Sur le plan de la sécurité, le protocole est établi et le matériel utilisé adapté pour réaliser l'essai et son déconditionnement dans un système entièrement confiné. Sous réserve de l'avis des

autorités compétentes, et du respect du mode opératoire, l'essai peut être mis en œuvre dans les laboratoires disposant du matériel approprié sans précautions particulières par des opérateurs formés aux risques liés à l'amiante.

La phase d'extraction et de récupération des poussières permet de garantir la représentativité des poussières captées. Les filtres produits sont exploitables par un laboratoire accrédité.

Le filtre récupéré au terme de l'essai PIMAC nécessite un prétraitement avant analyses en microscopie. Cette phase reste à définir. Celle, spécifique, mise en œuvre dans la cadre du projet n'est pas applicable à grande échelle dans un laboratoire d'analyses.

## **8.5. PERSPECTIVES**

Les résultats acquis dans le cadre de ce projet mettent en relief des besoins d'investigations complémentaires.

Elargissement de l'application de la procédure PIMAC :

- Déblais et terrassement, sols de friches industrielles, bétons de déconstruction, enrobés routiers ;
- Matériaux issus de contextes géologiques différents connus par ailleurs pour leurs occurrences amiantifères ;

Développements dans le domaine de la métrologie des fibres d'amiante et des PMA :

- La phase concernant la préparation des filtres et l'analyse par microscopie devra faire l'objet de développements méthodologiques et métrologiques, le protocole mis en œuvre dans le cadre de ce projet étant long et coûteux.
- Les procédures définies dans la norme NF X 43-050, bien adaptées pour des échantillons contenant des fibres d'amiantes sensu stricto montrent leurs limites, dès lors que sont concernées des matrices complexes et des formes minéralogiques similaires mais non asbestiformes. Il s'agira, en particulier, de proposer une procédure opératoire adaptée pour des analyses au MEB-A.
- Le domaine de la métrologie de l'amiante et des fragments de clivage: la diagnose doit être réalisée sur deux critères, la morphologie des particules et leur composition minéralogique/chimique. Ce sujet pose, en particulier le problème des limites analytiques actuelles et celui de la disponibilité d'échantillons de référence.

Enfin, pour répondre à un contexte réglementaire évolutif (cf. les préconisations faites dans le rapport de la l'ANSES dans le cadre de la Saisine « n°2014-SA-0196 Fragments de clivage »), les difficultés concernant la métrologie autour des fragments de clivages doivent être prise en compte pour définir des seuils d'acceptabilité en relation avec les résultats de l'évaluation des effets sanitaires des fragments de clivage.

## 9. Bibliographie

- L.HUGUES, P.MAURIN, J.L.PEREZ - Conception d'une machine d'essai française pour caractériser les mécanismes de libération des fibres d'amiante dans l'air lors des chantiers de BTP - CETE Méditerranée Laboratoire de Nice - Convention DGPR 2010 - Action 5 – Février 2011
- R BELLOPEDE, C. CLERICI, P. MARINI and G. ZANETTI - Rocks with asbestos: Risk evaluation by means of an abrasion test. American Journal of Environmental Sciences 5 – April 2009
- D. LAHONDERE - Exposition aux fibres asbestiformes dans les industries extractives : Expertise de 50 sites potentiellement concernés - Étude réalisée dans le cadre des opérations de Service public du BRGM 2013-2014 - BRGM/RP-62699-FR - Septembre 2014
- F. CLERC, C. EYPERT-BLAISON, M. GUIMON, A. ROMERO-HARIOT, R. VINCENT - Campagne de mesures d'exposition aux fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission analytique (META) – Synthèse des résultats et recommandations – Août 2011
- ANSES - Rapport d'expertise collective – Effets sanitaires et identification des fragments de clivage d'amphiboles issus des matériaux de carrière – Avis de l'ANSES Saisine n° « 2014\_SA\_0196 » - Décembre 2015
- D.R. VAN ORDEN, K.A. ALLISON, R.J. LEE – Differentiating Amphibole Asbestos from Non-Asbestos in a Complex Mineral Environment – October 2007
- F.C. HAWTHORNE, R. OBERTI, G.E. HARLOW, W.V. MARESCH, R.F. MARTIN, J.C. SCHUMACHER and M.D. WELCH - Nomenclature of the amphibole supergroup - 2012

## **Annexe 1**

### **BRGM, programmation SRT 2015 – Action 18**

## **Action n°18 : Etude de pré faisabilité pour l'extraction et l'identification de minéraux amiantifères dans des matériaux à forte cohésion en milieux naturels et en carrières.**

*Correspondant MEDDE/DGPR/BSSS : Pierre-Alain DURAND*

*Responsable BRGM/LAB/MIN : Hubert HAAS*

### **Contexte :**

Dans une carrière, un chantier BTP, un affleurement naturel ou artificiel, la présence d'amiante dans le matériau est susceptible de libérer des fibres dans l'atmosphère du fait des traitements et manipulations mécaniques, de l'utilisation statique des matériaux en couche de roulement et remblais, et en raison de l'érosion météorique.

Les expertises menés par le BRGM en 2013 et 2014, pour le compte du MEDDE/BSSS sur le potentiel amiantifère dans les carrières de France métropolitaine, ont identifiées 42 d'entre elles susceptibles d'exploiter et/ou de rencontrer au cours de leur évolution des matériaux amiantifères. La présence de fibres, susceptibles d'être libérées au cours du processus d'exploitation de la carrière, mais aussi durant la mise en œuvre des matériaux de type granulats issus de ces exploitations, présente un danger pour les salariés évoluant sur ces chantiers. Malgré la présence identifiée d'occurrences amiantifères, il n'existe, à ce jour, aucune méthode permettant d'évaluer la capacité de ces fibres présentes, à être libérées à différents stades d'une d'exploitation ou de mise en œuvre de ces matériaux. Il en est de même dans le cas des chantiers de BTP, au cours desquels des travaux de terrassement ou de creusement touchent également des matériaux rocheux.

Au-delà de l'identification de minéraux de morphologie fibreuse dans les facies rocheux, il est important d'identifier leur impact dans l'environnement d'une carrière ou d'un chantier BTP, d'identifier, si la capacité d'un matériau rocheux, à libérer des fibres, est susceptible de mettre en danger le personnel concerné. La demande du MEDDE porte donc sur la définition d'un protocole de test et d'analyse permettant de mettre en évidence la capacité d'un matériau à libérer des fibres. Ce protocole doit pouvoir être mis en œuvre en amont de l'exploitation dans une carrière ou avant le démarrage d'un chantier BTP.

### **Objectifs :**

Le programme proposé a donc pour objectif de valider la faisabilité d'un protocole visant à identifier la présence éventuelle de fibres amiantifères libérables au sein d'un matériau en simulant artificiellement les effets de frottements et d'usures subits par un matériaux au cours des processus d'extraction, de traitement ou d'érosion. La méthodologie proposée doit permettre la libération des fibres présentes dans le matériau et de capter ces fibres sur un support adapté afin de procéder à leur identification par des moyens reconnus et normés.

Le procédé doit pouvoir être mis en œuvre aisément dans le contexte d'une exploitation ou d'un laboratoire d'essai, tout en respectant les contraintes de la réglementation « amiante » en terme de sécurité et d'exposition aux risques des opérateurs.

## **Description de l'action :**

Les métiers et les moyens techniques et scientifiques mis en œuvre par, d'une part les professionnels des carrières et des BTP et, d'autre part par les professionnels des prélèvements et analyses des poussières d'amiante sont très différents. Dans la présente étude, l'approche sera donc orientée vers les moyens existants dans les deux domaines pour les adapter aux objectifs recherchés.

Deux étapes sont programmées :

- Provoquer artificiellement une usure par frottement entre les éléments de roche et donc la libération de fines, telles que provoquer par les manipulations mécaniques dans une carrière ou le roulement des engins de chantier. Cette opération permettra la libération de fines susceptibles de contenir des fibres d'amiante. Dans le domaine des exploitants de carrières de granulats, il existe un essai d'usure dénommé Micro-Deval (norme NF EN 1097-1). Cet essai est réalisé dans des jarres étanches en inox et l'appareillage s'y rapportant est largement répandu dans les carrières et les Laboratoires BTP. L'étude portera sur la configuration de cet essai pour répondre aux besoins exprimés.
- Récupérer les poussières les plus fines et les analyser afin de déterminer la présence d'amiante. Les organismes accrédités procédant aux mesures d'empoussièrement appliquent des procédures normalisées : XP X 43-269 (prélèvement individuel) « Prélèvement sur filtre à membrane pour la détermination de la concentration en nombre de fibres par les techniques de microscopie : MOCP, MEBA et META » et NF X 43-050 (prélèvement d'ambiance) « Détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission ». Ces deux normes mettent en œuvre des appareillages et procédures opératoires présents dans la majorité des laboratoires accrédités pour le prélèvement et/ou l'analyse de l'amiante. L'étude permettra de déterminer si les principes fondamentaux de ces méthodes qui seront utilisés pour récupérer les fines produites et identifier des fibres d'amiantes éventuellement présentes sont applicables dans des conditions satisfaisantes par rapport aux exigences réglementaires.
  - Robustesse de la méthode et garantie de résultat
- L'utilisation d'appareillages existants dans les différents domaines techniques et parfaitement maîtrisés, ne nécessitera que peu d'adaptation de la part des professionnels et des matériels et appareillages mis en œuvre.
- La garantie d'une analyse, identification des fibres d'amiante, conforme aux normes et à la réglementation actuelle et future sur les risques liés à l'amiante.
- La maîtrise du risque « amiante » pour l'ensemble des opérateurs du protocole grâce à un confinement des échantillons tout au long de la chaîne de travail.

## **Résultats prévus :**

La durée de l'action est estimée à 12 mois. Les résultats de l'ensemble du programme feront l'objet d'un rapport d'expérimentation. Des informations seront délivrées sous forme de notes d'étape au fur et à mesure de l'avancement du projet. Ces informations pourront également être présentées au cours de réunions d'avancement. Un mode opératoire sera défini et écrit.

**Budget de l'action :**

Taches/Catégories de personnel	Nbre jours	Nbre heures/ Unités	Coût horaire/ Unitaire	Sous-total € H.T
<b>Etape 1 Configuration de l'essai d'usure</b>				
Ingénieur expert (cat. 5)	2	16	140	2 240,00
Ingénieur senior (cat. 4)	10	80	114,375	9 150,00
Ingénieur d'étude (3)	12	96	93,75	9 000,00
Technicien supérieur (3)	40	320	76,875	24 600,00
Analyses				7 175,00
Amortissable				14 040,00
Frais de mission, Travaux externes, divers				9 360,00
<b>Sous-Total</b>				<b>75 565,00</b>
<b>Etape 2 Récupération des poussières et analyses</b>				
Ingénieur senior (cat. 4)	2	16	114,375	1 830,00
Ingénieur d'étude (3)	16	128	93,75	12 000,00
Technicien supérieur (3)	20	160	76,875	12 300,00
Analyses				14 350,00
Frais de missions, d'édition, consommables, divers				2 520,00
<b>Sous-Total</b>				<b>43 000,00</b>
<b>TOTAL</b>				<b>118 565,00</b>

**Participation attendue pour un montant de 50 000,00 € HT sur ce budget via une convention avec l'UNICEM.**

## **Annexe 2**

### **Courrier de la DGPR au BRGM du 14/11/2014**



MINISTÈRE DE L'ÉCOLOGIE,  
DU DÉVELOPPEMENT DURABLE ET DE L'ÉNERGIE

*Direction générale de la  
prévention des risques*

*Service des risques  
technologiques*

*Sous-direction des risques  
chroniques et du pilotage*

*Bureau du sol et du sous-sol*

**Référence :** BSSS/2014-285/PAD  
**Vos réf. :**

**Affaire suivie par :**  
Pierre-Alain DURAND  
Tél : 01 40 81 92 18 - Fax : 01 40 81 10 53  
Mél : pierre-alain.durand@developpement-durable.gouv.fr

Paris, le

19 NOV. 2014

**La directrice générale de la prévention des  
risques**

à

**M. le Président du BRGM**

**3, avenue Claude Guillemin**

**45100 ORLEANS**

**Objet :** ressources spécialisées en matière d'amiante au BRGM

La DGPR a confié au BRGM fin 2012 une étude afin d'identifier les carrières susceptibles de contenir de l'amiante dans les gisements qu'elles exploitent.

Ces travaux ont conduit à l'établissement d'une liste d'une quarantaine de carrières. Des prélèvements dans l'air et l'établissement d'un plan de repérage associé à des contrôles pétrographiques sont en cours en application d'une instruction adressée aux DREAL que j'ai signée cet été.

Dans ce cadre, le BRGM apporte un appui indispensable au ministère, en particulier sur les aspects les plus pointus de cette problématique.

Actuellement il apparaît que la poursuite de l'action en matière d'amiante, initiée fin 2012, passe par de nombreux travaux que nous ne pouvions pas prévoir à l'époque. Or ces travaux nécessitent les compétences de votre établissement. Il s'agit :

- de conduire l'expertise des cartographies et analyses pétrographiques associées sur la quarantaine de carrières finalement retenues,
- d'engager de nouvelles phases d'identification d'exploitations, suite aux observations menées en 2013 et 2014 (dolérites) puis sur la base de formations différentes (roches allochtones). Des déplacements complémentaires dans le cadre d'un financement assuré par la DGPR seront à prévoir en 2015 et 2016.
- d'aboutir à la définition d'un protocole d'essai qui devrait permettre d'apporter une garantie sur la qualité des matériaux produits par des carrières susceptibles de contenir des filons d'amiante. Cette tâche mobilise également vos compétences en matière de comportement des matériaux.

Enfin des travaux divers, mais nombreux sont également à prévoir (finalisation du rapport de la première étape, en cours d'examen par mes services, rédaction d'un article détaillé de vulgarisation sur la question de l'amiante et des fragments de clivage, participation aux travaux de l'ANSES, réponses aux nombreuses sollicitations des DREAL et des exploitants), sans oublier les études engagées dans le cadre du PNSE pour le compte du bureau de l'évaluation et de la prospective des données (BPED) à la DGPR.

J'attacherais ainsi une grande importance à ce que votre établissement public continue de se mobiliser, avec la préoccupation constante d'être en mesure d'apporter les réponses attendues dans les meilleurs délais.

Plus spécifiquement, concernant le protocole de recherche d'amiante dans les matériaux, les premières estimations du délai nécessaire à la mise au point du protocole d'essai conduisent à la remise d'un document au début de l'été 2015.

Or, vous n'ignorez pas la situation très difficile que rencontrent carriers et maîtres d'ouvrage de chantiers sur le terrain, conduisant à de nombreuses suspensions de travaux.

Il m'apparaît ainsi délicat d'afficher un tel délai sur un sujet aussi sensible. De même, maintenant que la répartition des coûts de ce programme est arrêtée, je ne pense pas souhaitable d'attendre la finalisation du document engageant financièrement la DGPR pour 2015 afin d'engager les premiers essais de dimensionnement de l'essai.

Aussi je vous remercie de bien vouloir examiner dans quelles conditions vous pouvez mobiliser les ressources nécessaires pour avancer sur la mise au point de ce protocole de façon plus rapide qu'actuellement prévue.

*Ne s'agit pas de votre appui sur ce sujet dont les enjeux sont évidents qu'économiques sont importants.*

La directrice générale de la prévention des risques,  
déléguée aux risques majeurs



Patricia BLANC



## **Annexe 3**

# **Convention de Recherche & Développement partagée entre le BRGM, l'UNPG et l'USIRF du 12/11/2015**



**CONVENTION DE  
RECHERCHE & DÉVELOPPEMENT PARTAGÉS  
RELATIVE À  
L'ETUDE DE PREFAISABILITE POUR L'EXTRACTION ET  
L'IDENTIFICATION DE MINERAUX AMIANTIFERES DANS DES  
MATERIAUX A FORTE COHESION EN MILIEUX NATURELS  
ET EN CARRIERES  
PROGRAMME PIMAC**

**ENTRE**

Le **BRGM**, Bureau de Recherches Géologiques et Minières, établissement public industriel et commercial, immatriculé au Registre du Commerce et des Sociétés de Paris sous le numéro 582 056 149 dont le siège se trouve Tour Mirabeau, 39-43 quai André Citroën, 75739 Paris Cedex 15, représenté par Mr. **Hervé Gaboriau**, Directeur des Laboratoires, ayant tous pouvoirs à cet effet,

Ci-après désigné par le « **BRGM** »,

**D'une part,**

**ET**

L'**UNPG**, Union Nationale des Producteurs de Granulats, dont le siège est domicilié 3 rue Alfred Roll – 75849 Paris cedex 17, et représenté par Mr. **Mathieu Hiblot**, Secrétaire général de l'UNPG, ayant tous pouvoirs à cet effet,

Ci-après désignée par « **UNPG** »,

**ET**

L'**USIRF**, Union des Syndicats de l'Industrie Routière Française, dont le siège est domicilié 9 rue de Berri – 75008 Paris, et représenté par Mme. **Christine Leroy**, Directeur des Affaires Techniques de l'USIRF, ayant tous pouvoirs à cet effet,

Ci-après désignée par « **USIRF** »,

**D'autres parts,**

Le BRGM, l'UNPG et l'USIRF étant ci-après désignés individuellement et/ou collectivement par la (les) « Partie(s) ».

## VU

- Le décret n° 59-1205 du 23 octobre 1959 modifié relatif à l'organisation administrative et financière du BRGM ;
- Le décret du 22 décembre 1967 portant regroupement du service de la carte géologique et du BRGM ;
- Le contrat quinquennal ETAT-BRGM pour la période 2013-2017 ;
- Les orientations de service public du BRGM pour l'année 2015 adoptées par le « Comité National d'Orientations du Service public » le 21 mai 2014 et approuvées par le Conseil d'Administration du 25 juin 2014.

## RAPPEL

- A. Le BRGM est un établissement public de recherche qui est aussi chargé d'une mission d'appui aux politiques publiques de collecte, de capitalisation et de diffusion des connaissances, dans le domaine des sciences de la Terre et en particulier en particulier dans l'évaluation et la caractérisation des matériaux et minéraux issus des carrières ;
- B. L'UNPG est le principal organisme professionnel représentant l'ensemble des entreprises qui extraient du granulat. L'UNPG est notamment l'interlocutrice des pouvoirs publics pour tout dossier national concernant l'industrie des granulats. A ce titre, elle est régulièrement consultée sur les projets d'évolution réglementaire dans les domaines techniques et environnementaux ;
- C. L'USIRF est une organisation professionnelle qui a pour mission de fédérer et représenter les entreprises du domaine de la construction routière et des producteurs de matériaux routiers. L'USIRF est en particulier force de proposition pour défendre, promouvoir, valoriser la profession auprès des pouvoirs publics et des différents acteurs économiques et politiques.
- D. Le BRGM, l'UNPG et l'USIRF ont décidé d'un commun accord de mener un programme de recherche et de développements partagés, tel que visé à l'article 4.1 infra, concernant l'étude de pré faisabilité pour l'extraction et l'identification de minéraux amiantifères dans des matériaux à forte cohésion en milieux naturels et en carrières, ci-après désigné par « le Programme ». Ce Programme a été initié par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie – Bureau du Sol et de Sous-Sol (MEDDE/DGPR/BSSS) – Programmation SRT 2015 – Action 18.  
Aussi, le BRGM et l'UNPG ont décidé par la présente convention, ci-après désignée par « la Convention », de fixer les termes et conditions par lesquels ils s'associent afin de réaliser le Programme.  
Les Parties, en association avec le MEDDE, ont établi en commun le Programme qui répond à leurs besoins respectifs. Elles en exploiteront les résultats chacune pour son propre compte.
- E. En outre, compte tenu du fait que les Parties cofinancent le Programme et que la propriété des résultats issus du Programme, ci-après désignés par « les Résultats », sera partagée entre elles, la Convention n'est pas soumise au Code des marchés publics, tout comme le prévoit les dispositions de son article 3.6.

**CECI ETANT RAPPELÉ, IL EST ARRÊTÉ ET CONVENU CE QUI SUIT :**

**ARTICLE 1. OBJET**

La Convention a pour objet de définir les termes et conditions par lesquels le BRGM, l'UNPG et l'USIRF s'engagent à réaliser le Programme.

**ARTICLE 2. DURÉE**

La Convention entre en vigueur à compter de la date de signature par la dernière des Parties et expirera lors de la réception du dernier paiement tel que prévu à l'article 8 infra.

**ARTICLE 3. DOCUMENTS CONTRACTUELS**

Sont également considérés comme étant des documents contractuels faisant partie de la Convention :

- Le présent document ;
- Annexe A1 : Cahier des charges ;
- Annexe A2 : Annexe financière.

Les annexes précédentes forment un tout indissociable avec le présent document. En cas de contradiction entre les articles du présent document et les dispositions contenues dans les annexes précédentes, les articles du présent document prévaudront.

**ARTICLE 4. OBLIGATIONS DU BRGM**

**4.1. PROGRAMME D' ACTIONS**

Le BRGM s'engage à réaliser, dans le respect des règles de l'art, les tâches prévues pour la réalisation du Programme, conformément aux dispositions des Annexes A1 et A2.

La durée prévisionnelle de réalisation du Programme est de neuf (9) mois à compter de l'entrée en vigueur de la Convention. En cas de nécessité dûment justifiée, cette durée pourra être prolongée par avenant.

**4.2. LIVRABLES**

Conformément au cahier des charges visé à l'Annexe A1, le BRGM s'engage à remettre à l'UNPG et à l'USIRF les livrables suivants :

- Un rapport final intégrant et interprétant l'ensemble des observations et des données acquises afin de conclure sur la problématique de la libération des minéraux à caractère fibreux et de leur identification dans des granulats ou des roches brutes; ce même rapport sera par ailleurs transmis au chef du Bureau du Sol et du Sous-Sol (MEDDE/DGPR/BSSS) ;
- Une procédure opératoire.

L'UNPG et l'USIRF s'engagent à valider le rapport dans un délai de quatre (4) semaines maximum. Au-delà, le rapport sera considéré comme définitif.

#### 4.3. OBLIGATIONS DE MOYENS

Il est rappelé que le contenu des documents visés à l'article 4.2 supra résulte de l'interprétation d'informations objectives ponctuelles et non systématiques (sondages, observations visuelles, analyses, mesures...), en fonction de l'état de la science et de la connaissance à un moment donné. Aussi, le BRGM est soumis par convention expresse à une obligation de moyens étant tenu au seul respect du cahier des charges et des règles de l'art.

L'UNPG et l'USIRF s'engagent à informer de cette limite de responsabilité tous tiers sous-utilisateurs éventuels des informations contenues dans les documents et se portera garant du BRGM en cas de recours exercé par l'un ou plusieurs d'entre eux et fondé sur une inexactitude, erreur ou omission dans le contenu des documents, sous réserve de l'absence de faute prouvée du BRGM.

#### 4.4. FINANCEMENT

Le BRGM s'engage à participer au financement du Programme pour la part qui lui revient dans les conditions exposées à l'article 7 infra, sur les Subventions pour Charge de Service Public (SCSP) qui lui sont attribuées par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (Programme 181) et le Ministère chargé de la Recherche (Programme 172).

#### ARTICLE 5. OBLIGATION DE L'UNPG

L'UNPG et l'USIRF s'engagent à communiquer au BRGM toutes les données, informations et études qui sont en sa possession, et qui sont utiles à la réalisation du Programme.

L'UNPG et l'USIRF garantissent le BRGM de toute action relative aux droits de propriété desdites données, informations et études mises à sa disposition.

L'UNPG et l'USIRF s'engagent à faciliter l'accès du BRGM aux informations détenues par ses soins, relatifs au Programme ou par tous tiers à la Convention.

L'UNPG et l'USIRF s'engagent à participer au financement du Programme pour la part qui leur revient dans les conditions exposées à l'article 7 infra.

#### ARTICLE 6. NOTIFICATION ET ÉLECTION DE DOMICILE

Toute notification faite au titre de la Convention est considérée comme valablement faite si elle est effectuée par écrit aux adresses suivantes :

<b>Pour le BRGM :</b>	<b>Pour l'UNPG :</b>	<b>Pour l'USIRF :</b>
Mr. Hervé GABORIAU Directeur des Laboratoires du BRGM	Mr. Mathieu HIBLOT Secrétaire général de l'UNPG	Mme. Christine LEROY Directeur des Affaires Techniques
3 avenue Claude Guillemin 45060 ORLEANS Cedex 2	3 rue Alfred Roll 75849 PARIS Cedex 17	9 rue de Berri 75008 PARIS
Tel : 02 38 64 34 03 Fax : 02 38 64 37 11 E-mail : <a href="mailto:h.gaboriau@brgm.fr">h.gaboriau@brgm.fr</a>	Tel : 01 44 01 47 64 Fax : E-mail : <a href="mailto:mathieu.hiblot@unicem.fr">mathieu.hiblot@unicem.fr</a>	Tel : 01 44 13 32 83 Fax : 01 42 25 89 99 E-mail : <a href="mailto:christine.leroy@usirf.com">christine.leroy@usirf.com</a>

Tout changement d'adresse devra être notifié dans les meilleurs délais.

## **ARTICLE 7. FINANCEMENT DU PROGRAMME**

### **7.1. MONTANT**

Dans le cadre de la présente convention, le montant du Programme est fixé à cinquante mille Euros Hors taxes (50 000 € HT).

Par ailleurs, le MEDDE et le BRGM subventionnent à la réalisation de ce Programme pour un montant complémentaire de soixante-huit mille cinq cent soixante-cinq Euros (68 565 €).

Le montant global de la Convention sera actualisé par avenant permettant une nouvelle programmation d'opérations.

### **7.2. RÉPARTITION**

Le montant du Programme fait l'objet de la répartition financière suivante sur les montants définis dans l'Annexe A2 soit un total de 50 000 € HT :

- **Pour l'UNPG, 50 % du montant Hors Taxes soit 25 000 € HT ;**
- **Pour l'USIRF, 50 % du montant Hors Taxes soit 25 000 € HT.**

Le montant ci-dessus est indiqué Hors Taxes, la TVA au taux légal en vigueur au moment de la facturation étant en sus du prix.

Par ailleurs le BRGM subventionne le Programme dans le cadre de ses actions de service public à hauteur de 68 565 € dont 50 % sur le programme 181 du Ministère de l'Ecologie dont le dernier versement a été notifié en date du 20 novembre 2015.

## **ARTICLE 8. FACTURATION ET PAIEMENT**

### **8.1. FACTURATION**

- a) Le BRGM étant tenu de réaliser le Programme, la part du montant lui revenant ne donnera lieu à aucune facturation.
- b) Il sera facturé à l'UNPG la part du montant visé à l'article 7.2 supra.  
Les factures seront libellées à l'adresse suivante :

Union Nationale des Producteurs de Granulats  
A l'attention de Mr. Mathieu HIBLOT  
3 rue Alfred Roll  
75849 PARIS Cedex 17

Les versements seront effectués par l'UNPG, au nom de l'Agent Comptable de BRGM, sur présentation de factures émises par BRGM et selon le cas accompagnées des documents précisés dans l'échéancier ci-dessous

- 50 % du montant à la signature, soit 12 500 € HT, soit quinze mille Euros Toutes Taxes Comprises (15 000 € TTC) ;
- 50 % du montant à compter de la validation par l'UNPG et l'USIRF du rapport final livré, soit 12 500 € HT, soit quinze mille Euros Toutes Taxes Comprises (15 000 € TTC).

Le taux de TVA en vigueur à la signature de la Convention est de 20 %. Toute modification du taux de TVA applicable, intervenant durant la période d'exécution de la Convention, sera répercutée dès la première échéance de facturation suivant la date d'entrée en vigueur du nouveau taux.

c) Il sera facturé à l'USIRF la part du montant visé à l'article 7.2 supra.

Les factures seront libellées à l'adresse suivante :

Union des Syndicats de l'Industrie Routière Française  
A l'attention de Mme. Christine LEROY  
9 rue de Berri  
75008 PARIS

Les versements seront effectués par l'USIRF, au nom de l'Agent Comptable de BRGM, sur présentation de factures émises par BRGM et selon le cas accompagnées des documents précisés dans l'échéancier ci-dessous

- 50 % du montant à la signature, soit 12 500 € HT, soit quinze mille Euros Toutes Taxes Comprises (15 000 € TTC) ;
- 50 % du montant à compter de la validation par l'UNPG et l'USIRF du rapport final livré, soit 12 500 € HT, soit quinze mille Euros Toutes Taxes Comprises (15 000 € TTC).

Le taux de TVA en vigueur à la signature de la Convention est de 20 %. Toute modification du taux de TVA applicable, intervenant durant la période d'exécution de la Convention, sera répercutée dès la première échéance de facturation suivant la date d'entrée en vigueur du nouveau taux.

## 8.2. PAIEMENT

Les versements seront effectués par l'UNPG et l'USIRF par virement bancaire, dans un délai de trente (30) jours calendaires à compter de leur date d'émission augmenté de deux (2) jours ouvrés, à l'ordre de BRGM, sur présentation de factures émises par BRGM, au compte ouvert à :

TRESOR PUBLIC  
Trésorerie générale du Loiret,  
4 pl du Martroi, Orléans  
Code Banque 10071  
Code Guichet : 45000  
Compte N° 00001000034  
Clé : RIB 92  
IBAN : FR7610071450000000100003492

A défaut de paiement intégral à la date prévue pour leur règlement, les sommes restant dues sont majorées de plein droit, sans qu'il soit besoin d'une mise en demeure préalable ou d'un rappel, de pénalités de retard dont le taux annuel est fixé au taux directeur de la Banque centrale européenne (BCE) augmenté de huit points. Ces pénalités s'appliquent sur le montant toutes taxes comprises de la créance et sont exigibles à compter du jour suivant la date de règlement inscrite sur la facture, jusqu'à la date de mise à disposition des fonds par l'UNPG.

## **ARTICLE 9. PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE**

### **9.1. DROITS ET OBLIGATION DE L'AUTEUR**

#### **- Droits de l'auteur**

- a) Dans l'hypothèse où les Résultats relèvent du droit d'auteur, le BRGM est l'auteur des Résultats, et notamment des livrables visés à l'article 4.2 supra.
- b) Le BRGM est titulaire des droits visés aux articles L. 111-1 et suivants du Code de la propriété intellectuelle, à savoir des droits patrimoniaux et moraux.

#### **- Garantie**

Le BRGM garantit qu'il est titulaire des droits de propriété intellectuelle nécessaires à l'exécution de la Convention.

### **9.2. CESSION DES DROITS D'AUTEUR**

#### **- Co-titularité des droits patrimoniaux**

Le BRGM cède à l'UNPG et à l'USIRF les droits patrimoniaux qu'il détient sur les livrables visés à l'article 4.2 supra et sur tous les Résultats relevant du droit d'auteur de sorte qu'à l'issue de l'exécution de la Convention, les Parties en seront co-titulaires et l'UNPG et l'USIRF pourront notamment, sans l'autorisation du BRGM mais sous sa responsabilité exclusive :

- reproduire les documents sur tous supports connus et inconnus, quel que soit le nombre d'exemplaires ;
- représenter les livrables visés à l'article 4.2 supra pour tout type d'usage ;
- adapter, par perfectionnements, corrections, simplifications, adjonctions, intégration à des systèmes préexistants ou à créer, transcrire dans un autre langage informatique ou dans une autre langue et créer des œuvres dérivées pour ses besoins propres.

Cette cession est faite à titre gracieux pour le monde entier et pour une durée égale à la durée des droits du BRGM.

#### **- Droits moraux du BRGM**

Par application des articles L. 121-1 et suivants du Code de la propriété intellectuelle, l'UNPG et l'USIRF s'engagent à respecter les droits moraux du BRGM sur les livrables visés à l'article 4.2 supra, et notamment à citer le BRGM en qualité d'auteur, sur chacune des reproductions ou représentations.

## **ARTICLE 10. DIFFUSION DES RÉSULTATS**

### **10.1. PRINCIPE**

Les Parties s'engagent à divulguer auprès du public le plus large les livrables visés à l'article 4.2 supra et tous les Résultats, selon les modalités de leur choix. Il est rappelé que le BRGM, dans le cadre de sa mission d'appui aux politiques publiques, pourra mettre les Résultats à disposition du public, notamment par le moyen de son site Internet.

L'UNPG et l'USIRF s'engagent en outre à citer le BRGM en qualité d'auteur, sur chacun des documents produits, présentations ou communications faites sur le Programme.

De manière réciproque, le BRGM s'engage à citer l'UNPG et l'USIRF comme partenaires sur chacun des documents produits, présentations ou communications faites sur le Programme.

Dans le cas d'un intérêt commercial des Résultats, les Parties conviendront des conditions dans lesquelles cette commercialisation sera assurée.

Si une ou plusieurs inventions apparaissent au cours et/ou à l'occasion de l'exécution de la Convention, le BRGM en informera aussitôt l'UNPG et l'USIRF, et les Parties conviendront de dispositions à prendre pour assurer le dépôt et la défense de toute demande de brevet correspondant, ainsi que la prise en charge des frais associés.

## **10.2. EXCEPTIONS**

La diffusion visée à l'article 10.1 supra sera interdite dans les cas suivants :

- L'interdiction résulte d'obligations légales ou réglementaires ou du respect du droit des tiers ;
- Une Partie a notifié à l'autre Partie son intention de restreindre la diffusion d'une information et l'autre Partie a accepté de manière expresse.
- Le MEDDE ou une Partie a notifié à l'autre Partie son intention de sursoir à la diffusion publique des livrables pour une durée déterminée ne pouvant pas excéder deux ans. Par exception, le BRGM ne peut toutefois pas demander ce sursis.

## **ARTICLE 11. SOUS-TRAITANCE, CESSION, TRANSFERT**

Chaque Partie peut sous-traiter, sous sa responsabilité, l'exécution de certaines parties de ses obligations contractuelles, sous réserve de respecter les dispositions de la loi n° 75-1334 du 31 décembre 1975, notamment en ce qu'elle concerne la présentation, l'acceptation des sous-traitants, ainsi que l'agrément de leurs conditions de paiement.

La Convention est conclue intuitu personae, les Parties s'engageant mutuellement en considération de leur identité respective.

Aucune des Parties ne peut sans l'accord écrit préalable de l'autre Partie, céder tout ou partie de ses droits ou obligations découlant de la Convention à des tiers.

## **ARTICLE 12. RESPONSABILITÉ**

Chaque Partie est responsable, tant pendant l'exécution de la Convention, des prestations et/ou travaux qu'après leur achèvement et/ou leur réception, de tous dommages, à l'exception d'éventuelles conséquences immatérielles, qu'elle-même, son personnel, son matériel, fournisseurs et/ou prestataires de service, pourraient causer à l'autre Partie dans la limite du montant du financement apporté par chacun et visé à l'article 7.2 supra.

## **ARTICLE 13. ASSURANCES**

Chaque Partie, devra, en tant que de besoin souscrire et maintenir en cours de validité les polices d'assurance nécessaires pour garantir les éventuels dommages aux biens ou aux personnes qui pourraient survenir dans le cadre de l'exécution de la Convention.

La règle selon laquelle « l'État est son propre assureur » s'applique aux organismes publics. En conséquence ceux-ci garantissent sur leurs budgets les dommages qu'ils pourraient causer à des tiers du fait de leur activité.

#### **ARTICLE 14. RÉSILIATION**

En cas de non respect par l'une ou l'autre des Parties d'une obligation inscrite dans la Convention, celle-ci pourra être résiliée de plein droit par la partie victime de ce non-respect à l'expiration d'un délai de trois (3) mois suivant l'envoi d'une lettre recommandée avec accusé de réception valant mise en demeure.

En cas de résiliation anticipée de la Convention, le BRGM présentera à l'UNPG et à l'USIRF un compte rendu détaillé et un bilan financier sur la base desquels l'UNPG et l'USIRF verseront au BRGM les sommes dues au prorata des actions qui auront effectivement été réalisées.

#### **ARTICLE 15. DROIT APPLICABLE ET RÈGLEMENT DES LITIGES**

La Convention est régie par la loi française.

Tout différend portant sur la validité, l'interprétation et/ou l'exécution de la Convention fera l'objet d'un règlement amiable entre les Parties. En cas d'impossibilité pour les Parties de parvenir à un accord amiable dans un délai de trois (3) semaines suivant sa notification, le différend sera soumis aux tribunaux administratifs compétents.

Fait à Orléans, en quatre (4) exemplaires,  
Le 12/11/2015

**Pour le BRGM**

**Pour l'UNPG**

**Pour l'USIRF**

# ANNEXE A1 : CAHIER DES CHARGES DU PROGRAMME

## 1 – PRESENTATION DU PROGRAMME « PIMAC »

### 1.1 – Contexte

Dans une carrière, un chantier BTP, un affleurement naturel ou artificiel, la présence d'amiante dans le matériau est susceptible de libérer des fibres dans l'atmosphère du fait des traitements et manipulations mécaniques, de l'utilisation statique des matériaux en couche de roulement et remblais, et en raison de l'érosion météorique.

Au-delà de l'identification de minéraux de morphologie fibreuse dans les facies rocheux, il est important d'identifier leur impact dans l'environnement d'une carrière ou d'un chantier BTP, d'identifier, si la capacité d'un matériau rocheux, à libérer des fibres, est susceptible de mettre en danger le personnel concerné. La demande du MEDDE porte donc sur la définition d'un protocole de test et d'analyse permettant de mettre en évidence la capacité d'un matériau à libérer des fibres. Ce protocole doit pouvoir être mis en œuvre en amont de l'exploitation dans une carrière ou avant le démarrage d'un chantier BTP.

### 1.2 – Objectif

Dans une carrière, un chantier BTP, un affleurement naturel ou artificiel, la présence d'amiante dans le matériau est susceptible de libérer des fibres dans l'atmosphère du fait des traitements et manipulations mécaniques, de l'utilisation statique des matériaux en couche de roulement et remblais, et en raison de l'érosion météorique.

Le programme proposé a pour objectif de valider la faisabilité d'un protocole visant à identifier la présence éventuelle de fibres amiantifères libérables au sein d'un matériau en simulant artificiellement les effets de frottements et d'usures subits par un matériaux au cours des processus d'extraction, de traitement ou d'érosion. La méthodologie proposée doit permettre la libération des fibres présentes dans le matériau et de capter ces fibres sur un support adapté afin de procéder à leur identification par des moyens reconnus et normés.

Le procédé doit pouvoir être mis en œuvre aisément dans le contexte d'une exploitation ou d'un laboratoire d'essai, tout en respectant les contraintes sévères de la réglementation « amiante » en termes de sécurité et d'exposition aux risques des opérateurs.

### 1.3 – Méthodologie mis en œuvre

Les métiers et les moyens techniques et scientifiques mis en œuvres par, d'une part les professionnels des carrières et des BTP et, d'autre part par les professionnels des prélèvements et analyses des poussières d'amiante sont très différents.

Dans la présente proposition, Il s'agit d'utiliser des moyens existants dans les deux domaines pour les adapter aux buts recherchés :

1° - Provoquer artificiellement une usure d'éléments de roche permettant la libération de fines susceptibles de contenir des fibres d'amiante. Dans le domaine des fabricants de granulats, il existe un essai d'usure dénommé Micro-Deval (norme NF EN 1097-1). Cet essai est réalisé dans des jarres étanches en inox et l'appareillage s'y rapportant est largement répandu dans les carrières et les Laboratoires BTP. Cet appareillage sera utilisé pour provoquer un effet d'usure par frottement entre les éléments de roche et donc la libération de fines, telles que provoquer par les manipulations mécaniques dans une carrière ou le roulement des engins de chantier.

2° - Récupération des poussières fines et leurs analyses afin de déterminer la présence d'amiante. Les laboratoires de prélèvements et d'analyses d'échantillons de poussières atmosphériques pour la recherche d'amiante suivent deux protocoles normalisés : NF P X 43-269 « Prélèvement sur filtre à membrane pour la détermination de la concentration en nombre de fibres par les techniques de microscopie : MOCP, MEBA et META » et NF P X 43-050 « Détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission ». Ces deux normes mettent en œuvre des appareillages et procédures opératoires présents dans la majorité des laboratoires accrédités pour le prélèvement et/ou l'analyse de l'amiante. Les principes fondamentaux de ces méthodes seront utilisés pour récupérer les fines produites et identifier des fibres d'amiantes éventuellement présentes.

### **1.3 - Robustesse de la méthode et garantie de résultat**

1° - L'utilisation d'appareillages existants dans les différents domaines techniques et parfaitement maîtrisés, ne nécessitera que peu d'adaptation de la part des professionnels et des matériels et appareillages mis en œuvre.

2° - La garantie d'une analyse, identification des fibres d'amiante, conforme aux normes et à la réglementation actuelle et future sur les risques liés à l'amiante.

3° - La maîtrise du risque « amiante » pour l'ensemble des opérateurs du protocole grâce à un confinement des échantillons tout au long de la chaîne de travail.

## **2 – PROCEDURES OPERATOIRES ET LEURS MISE EN OEUVRE**

### **2.1 – Principes opératoires et Adaptations:**

1° - Préparation de l'échantillon : définition et choix des classes granulaires sur des échantillons massifs et sur des granulats calibrés, détermination de la masse de la prise d'essai.

2° - Réalisation de la phase d'attrition : sur la base de la procédure normalisée de l'essai d'usure Micro-Deval en présence d'eau, mise en œuvre de l'appareillage Micro-Deval et des jarres. Cette opération sera réalisée à sec et sans charge broyante afin de provoquer frottements et usure des matériaux testés et ainsi fabriquer des fines chargées en fibres. Cette opération doit être testée sur des lots de matériaux préalablement calibrés. Ces lots seront d'origine et de caractéristiques mécaniques différentes de manière à quantifier et caractériser les fines fabriquées au cours de l'essai en fonction des matériaux. Seront également à tester, des matériaux pour lesquels la quantité d'amiante présente est différente (par observation macroscopique),

3° - Modifications, adaptations des jarres : afin de pouvoir effectuer l'étape opératoire suivante, la récupération des poussières fines, les jarres Micro-Deval devront subir une modification : réalisation de deux trous avec filetage, le premier dans le couvercle de la jarre, le second dans

le fond de la jarre. Ces deux trous permettront la mise en place de deux raccords rapides avec soupape de sureté, pour le branchement de la pompe et l'entrée d'air.

4° - Sélection des fibres présents dans la jarre : après la phase d'usure, la jarre sera déposée en position couchée sur un support adapté, les deux ouvertures placée vers le haut, et laissée au repos durant un temps à déterminer pour permettre aux poussières les plus grossières de se déposer et ne garder en suspens dans l'air de la jarre que les particules les plus fines, dont les fibres d'amiante.

5° - Récupération des fibres présents dans la jarre : Une pompe, telle que définie dans la norme NF P X 43-269 pour les prélèvements d'air ambiant et équipée d'une cassette porte filtre en diamètre 37 mm avec un filtre (pores 0,45 µm), sera branchée sur l'ouverture du couvercle de la jarre Micro-Deval. Afin de compenser l'aspiration et de provoquer un flux d'air dans la jarre, une ouverture équipée d'un raccord a été prévue dans le fond de la jarre, une cassette équipée d'un filtre (pores 0,45 µm) sera banchée sur ce raccord pour permettre une entrée d'air sécurisée, par rapport à l'échantillon et par rapport aux opérateurs. Un volume d'air à définir sera pompé afin de récolter sur le filtre les éventuelles poussières d'amiante présentes dans l'air de la jarre.

6° - Analyse du filtre : A la fin du temps de pompage, la pompe est débranchée de la jarre et le filtre est récupéré puis suivra les procédures opératoires des normes sur la détermination de la concentration en fibres d'amiante (NF P X 43-269 et, si besoin NF P X 43-050). Ces procédures permettront d'identifier les fibres présentes.

7° - Neutralisation et récupération de l'échantillon : après débranchement du filtre du fond de la jarre, celle-ci est remise en position verticale et remplie d'eau en utilisant le raccord du couvercle. L'échantillon, sous eau, peut ensuite être évacué et récupéré en toute sécurité pour l'opérateur, et conditionné dans un fût pour destruction ou stockage en site classé.

8° - Récupération des fibres en voie humide : l'échantillon sous eau peut également être récupéré et tamisé en voie humide à 50 µm. La fraction inférieure à 50 µm mise en sédimentation sera utilisée pour identifier la présence de fibres dans l'échantillon.

## **2.2 – Investissement en matériel**

Pour la réalisation de l'étude, les matériels et consommables nécessaires ainsi que les travaux d'adaptation sont les suivants :

1° - Deux machines Micro-Deval (norme NF EN 1097-1),

2° - Quatre jarres Micro-Deval grand format dites « Ballast » et deux jarres « Standard » (norme NF EN 1097-1),

3° - Une pompe pour prélèvement de poussières atmosphériques (norme NF P X 43-269),

4° - Cassettes de prélèvement porte-filtre et filtres à membranes Ø 37mm et pores à 0,45 µm,

5° - Travaux d'usinage des jarres avec mise en place de deux raccords rapides avec soupape de sureté, pour le branchement de la pompe et l'entrée d'air,

6° - Installation d'un variateur de vitesse sur une machine Micro-Deval.

7° - Fabrication d'un support pour déposer les jarres durant la phase de pompage et prélèvement des poussières.

## 2.3 – Autres moyens matériels et appareillages mis en œuvre

Les laboratoires du BRGM disposent des appareillages complémentaires qui seront nécessaires à la réalisation de certaines phases de travail dans le cadre de ce projet. Les moyens suivants seront susceptibles d'être mobilisés à cet effet :

- 1° - Concasseurs à mâchoires,
- 2° - Diviseurs d'échantillons,
- 3° - Tamiseuses automatiques,
- 4° - Jeu de tamis,
- 5° - Micro-granulomètre,
- 6° - Balances,
- 7° - Tachymètre,
- 8° - Etuves,
- 9° - Compteur volumétrique,
- 10° - Chronomètres,
- 11° - Métalliseur,
- 12° - Microscope Electronique à Balayage,
- 13° - Microscope Electronique à Transmission,

## 3 – PROGRAMME EXPERIMENTAL

### 3.1 – Les points à développer et/ou à tester dans le cadre de cette étude

Commencer des tests, essais et analyses sur la base des procédures opératoires normalisées existantes, semble être une manière simple d'aborder le sujet. Cependant plusieurs points méritent vérifications, contrôles et validations afin d'obtenir et de garantir un résultat satisfaisant aux objectifs fixés.

Ces points concernent les deux phases opératoires que sont, d'une part, l'attrition, la production de fines et la libération d'éventuelles fibres d'amiantes et, d'autre part, la récupération des fibres sur un support « filtre ».

#### 3.1.1 *Calibration de la phase d'usure :*

##### Concernant l'échantillon :

La taille de la prise d'essai et la classe granulaire mise en œuvre doit être définie. Ces deux paramètres conditionnent le nombre d'éléments présents dans la jarre, le taux de remplissage de la jarre et le rendement en termes de production de fines durant l'essai. La base de travail sera la suivante : 5 kg pour la prise d'essai et 25-50 mm pour la classe granulaire. En fonction des résultats obtenus, ces valeurs pourront être ajustées.

Il en va de même pour des granulats calibrés de qualité commerciale. La classe granulaire ciblée, a priori, serait la classe 10-14 mm, mais les classes plus fines pourront être testées afin de se placer tant par rapport au producteur que par rapport à l'utilisateur, et des garanties liées à leurs exigences.

Une évaluation de la production de fines durant l'essai sera faite en fonction de la nature des échantillons mis en œuvre. Par « fines » on entendra la fraction granulométrique inférieure à 50µm produite au cours de l'essai, des analyses micro-granulométriques pourront compléter cette évaluation, permettant ainsi d'avoir une estimation de la répartition granulométrique de ces « fine ».

#### Concernant la configuration de l'essai d'usure :

Le choix, a priori, porterait sur l'utilisation des grandes jarres, permettant le traitement d'une quantité de matériau suffisante pour obtenir une représentativité de l'échantillon adaptée aux volumes de matériaux traités dans une carrière.

Deux paramètres d'essai doivent être fixés : la vitesse de rotation des jarres et la durée de l'essais. Les appareils Micro-Deval ont une vitesse de rotation définie par rapport à l'essai classique sur des granulats, en présence d'eau et d'une charge de billes d'acier. Considérant que l'essai sera réalisé à sec et sans charge broyante, considérant les calculs effectués de la vitesse critique du système, il est possible que la vitesse de rotation imposée actuellement soit trop élevée. Un appareillage sera donc modifié pour tester différentes vitesses et optimiser la production de fines au cours de l'essai. De même, la durée de l'essai Micro-Deval, actuellement paramétrée à 2 heures, doit être confirmée ou adaptée pour garantir la production de fines en toutes circonstances.

Les parois internes de jarres sont lisses. Sera-t-il nécessaire de modifier cette configuration en introduisant une barrette de reprise dans la jarre ? Ce point sera, si possible, testé afin d'en évaluer l'impact sur la production de fines.

Enfin, le positionnement et la section des ouvertures avec raccord pour le prélèvement des poussières par pompage devront être défini et validé.

#### **3.1.2 Calibration de la phase de prélèvement des poussières amiantifères :**

Après la phase d'usure, il est nécessaire de stabiliser la jarre sur un support en position pour le pompage de l'air. Un temps de repos de la jarre avant ce pompage devra être respecté afin de faire sédimenter les poussières les plus grossières. Ce temps de repos doit être défini.

L'appareillage de pompage mis en œuvre est généralement calibré avec un débit de 10 litres d'air par minute. Afin de garantir le captage sur le filtre des poussières les plus fines, dont les fibres d'amiante, deux paramètres sont à définir et valider :

- Le débit de la pompe : le débit de 10 litres/min est-il compatible avec la manière dont le prélèvement sera mis en œuvre ou doit-il être réduit ?
- La durée de la phase de pompage : celle-ci dépendra du volume d'air présent dans la jarre et du débit de la pompe. La base de travail étant d'extraire 2 à 5 fois le volume d'air disponible dans la jarre.

### **3.2 - Programme expérimental**

Quelques carrières seront sollicitées pour nous fournir des matériaux bruts du front de taille et des granulats commerciaux. Il sera nécessaire d'effectuer des essais sur des matériaux exempts d'amiante afin de calibrer certains paramètres tels que la quantité d'échantillon ou la classe granulaire à mettre en œuvre, sans pour autant être exposé au risque « amiante ». Des échantillons contenant de fibres d'amiantes vérifiés et confirmés seront ensuite traités pour valider la phase de prélèvement et d'analyse des poussières.

Au maximum, cinq origines différentes d'échantillons seront traitées dans le cadre de ce projet. Le programme expérimental est proposé comme suit, dans l'ordre chronologique :

**Phase 1 – Calibration de l'échantillon**

<b>Etapes opératoires</b>	<b>Moyens mis en œuvre</b>
Détermination de la classe granulaire de l'échantillon	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Préparation des prises d'essai : Concassage / criblage.</li> <li>- Essais d'usure sur 5 échantillons différents et 3 classes granulaires.</li> <li>- Détermination des rendements granulométriques en fines inférieures à 50 µm.</li> <li>- Analyse micro-granulométrique de quelques fractions granulométriques inférieures à 50 µm.</li> </ul>
Détermination de la masse de la prise d'essai	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Préparation des prises d'essai : Concassage / criblage.</li> <li>- Essais d'usure sur 3 échantillons différents et 2 masses différentes.</li> <li>- Détermination des rendements granulométriques en fines inférieures à 50 µm.</li> </ul>
Application sur des lots de granulats calibrés	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Essais d'usure sur 3 échantillons différents et 2 classes granulaires.</li> <li>- Détermination des rendements granulométriques en fines inférieures à 50 µm.</li> </ul>

**Phase 2 – Calibration de l'essai d'attrition**

<b>Etapes opératoires</b>	<b>Moyens mis en œuvre</b>
Détermination de la vitesse de rotation de la machine Micro-Deval	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Préparation des prises d'essai : Concassage / criblage.</li> <li>- Essais d'attrition sur 3 échantillons différents et 2 vitesses de rotation + essais sur un échantillon de granulats calibrés.</li> <li>- Détermination des rendements granulométriques en fines inférieures à 50 µm.</li> </ul>
Détermination de la durée de l'essai	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Préparation des prises d'essai : Concassage / criblage.</li> <li>- Essais d'attrition sur 2 échantillons différents et 2 ou 3 durées.</li> <li>- Détermination des rendements granulométriques en fines inférieures à 50 µm.</li> </ul>
Influence de la configuration interne des jarres	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Essais d'attrition sur 3 échantillons différents avec introduction d'une barrette de relevage</li> <li>- Détermination des rendements granulométriques en fines inférieures à 50 µm.</li> </ul>

**Phase 3 – Calibration du prélèvement des poussières**

<b>Etapes opératoires</b>	<b>Moyens mis en œuvre</b>
Détermination du temps de repos des jarres	- Calcul des vitesses de sédimentation des poussières
Détermination du débit de la pompe	- Préparation des prises d'essai : Concassage / criblage. - Essais de débits sur des échantillons composés artificiellement, avec validation sur 3 échantillons réels différents. - Détermination des rendements par pesée des filtres et analyse des filtres supposés chargés en amiante.
Détermination de la durée du pompage	- Calcul des volumes d'air à traiter. - Essais de durée de pompages sur des échantillons composés artificiellement, avec validation sur 3 échantillons réels différents. - Détermination des rendements par pesée des filtres et analyse des filtres supposés chargés en amiante.

**Phase 4 – Essais en conditions réelles**

<b>Etapes opératoires</b>	<b>Moyens mis en œuvre</b>
Mise en œuvre de l'ensemble de la procédure sur des échantillons préparés et granulats calibrés	- Préparation des prises d'essai : Concassage / criblage. - Préparation d'échantillons en provenance de revêtements routiers. - Essais d'attrition sur 10 échantillons différents - Prélèvement des poussières par pompage et dépôt sur filtre. - Prélèvement des poussières fines en voie humide - Analyse complète des filtres.

A ce stade, d'autres opérateurs et/ou laboratoires pourront contribuer à la validation de la procédure pour tester les deux points critiques: la phase d'attrition, la phase de prélèvement des poussières et leurs analyses.

Cette contribution permettrait de consolider le mode opératoire en diversifiant les origines des échantillons et les opérateurs.

**Au global:**

- 18 matériaux d'origine différente utilisés pour le programme,
- 3 types de matériaux à utiliser pour les essais (matériaux rocheux exempts d'amiante, matériaux rocheux susceptibles de contenir de l'amiante et granulats commerciaux)
- 1 tonne environ de matériau à préparer au total,
- 70 essais d'attrition environ,
- 50 caractérisations granulométriques des fines,
- 40 essais de pompages et captage de fines et de fibres,
- 10 préparations des fines en voie humide
- 60 caractérisations des fines et fibres prélevées

### 3.3 - Délivrables

Les résultats de l'ensemble du programme feront l'objet d'un rapport d'expérimentation.

Des informations pourront être délivrées sous forme de notes d'étape au fur et à mesure de l'avancement du projet. Ces informations pourront également être présentées au cours de réunion d'avancement.

Rédaction d'un mode opératoire.

## 4 – CONTRIBUTION DE L'UNPG

Le BRGM ne dispose pas en stock et en quantité suffisante, de matériaux naturels permettant de réaliser d'une manière rigoureuse les différentes phases de calibration programmées dans le cadre du projet. Les exploitants de carrières, par l'intermédiaire de l'UNPG, sont donc sollicités pour fournir les échantillons qui serviront à la calibration et à la configuration de l'essai tel que décrit dans le projet PIMAC. Les échantillons présentant les caractéristiques pétrophysiques requises, conditionneront grandement la qualité des travaux qui pourront être menés dans le cadre du projet

Il sera nécessaire d'effectuer des essais sur des matériaux exempts d'amiante afin de calibrer certains paramètres tels que la quantité d'échantillon ou la classe granulaire à mettre en œuvre, sans pour autant être exposé au risque « amiante ». Des échantillons contenant de fibres d'amiantes vérifiés et confirmés seront ensuite traités pour valider la phase de prélèvement et d'analyse des poussières.

L'UNPG transmettra au BRGM des matériaux bruts du front de taille et des granulats commerciaux, en provenance des différentes carrières et sous forme anonyme. L'UNPG se chargera de fournir les quantités d'échantillons pour les références n° 1, 2, 3 et 4 ; le BRGM récoltera par ses moyens propres les besoins pour la référence n° 5.

	N°1 : Granodiorite	N°2 : Amphibolite à hornblende	N°3 : Amphibolite à actinolite	N°4 : Dolérite hydrothermalisée	N°5 : <i>Serpentinite à chrysotile</i>
<b>Tout-venant en blocs 10-20 cm</b>	<b>100</b>				
<b>Calibre granulats 6,3-10 mm</b>	<b>10</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	
<b>Calibre granulats 10-14 mm</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	
<b>Calibre Béton 4-20mm</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	
<b>Calibre Ballast 25-50mm</b>	<b>70</b>	<b>70</b>	<b>70</b>	<b>70</b>	
<i>Galets 10-14mm</i>					<b>5</b>
<i>Galets 4-20mm</i>					<b>2</b>
<i>Galets 20-50mm</i>					<b>20</b>
<b>TOTAUX</b>	<b>280</b>	<b>175</b>	<b>175</b>	<b>175</b>	<b>27</b>

A ce stade, et dans le cadre du projet PIMAC, Il est également entendu que les échantillons transmis au BRGM, n'ont pas pour but d'être testés pour leur capacité propre à libérer ou non

des fibres amiantifères, mais pour définir les paramètres et la configuration du test proposé dans le projet. Les résultats obtenus grâce à ces échantillons seront présentés dans le rapport final comme des éléments chiffrés permettant d'évaluer et de paramétrer les différentes phases du test. Les résultats présentés seront liés soit à une phase de test, soit à la description pétro-physique de la roche. Aucune carrière ou origine des échantillons seront cités.

## 5 – BUDGET

Le présent programme (PIMAC) est construit, sur la base de deux projets distincts, l'un couvert par une décision attributive de subvention du MEDDE au BRGM, l'autre par la présente convention entre le BRGM, l'UNPG et l'USIRF. Le financement global du programme se répartit comme suit :

- Convention BRGM/ENPG/USIRF : UNPG (25 000 €) et USIRF (25 000 €), pour un montant total de 50 000 € HT.
- Une Décision attributive de subvention du MEDDE au BRGM sur le P181 à hauteur de 34 282,50 €.
- Une Subvention pour Charge de Service Public du BRGM sur le P172 à hauteur de 34 282,50 €.

## 6 – PLANNING ET DELAIS DE REALISATION

**Planning** : A définir par rapport à la date de disponibilité des échantillons.

**Délais de réalisation:**

Compte tenu de l'urgence du besoin, des moyens à mobiliser, prévoir 9 mois sur la base du programme présenté, à compter de la date de validation du programme et de son financement. Des étapes intermédiaires permettront de consolider les différentes phases de travail au fur et à mesure de l'avancement du projet

## 7 – REMARQUES

Le présent programme permettra de valider la faisabilité de la méthode proposée. Il ne permettra pas de valider définitivement la procédure opératoire, mais doit proposer une méthode opératoire fiable et robuste.

Dès maintenant, il doit être envisagé la mise en œuvre d'un second volet au projet qui comprendrait les points suivants d'ores et déjà identifiés :

- confirmer les résultats obtenus au cours de la présente étude sur une échelle de quelques dizaines de carrières ou de chantiers,
- définir les limites et les écarts, ainsi que les incertitudes de la méthode opératoire,
- valider la fiabilité du diagnostic et de la méthode en faisant intervenir différents opérateurs tant sur la phase de préparation et d'usage que sur celle du prélèvement des poussières fines et de leur analyse.

## ANNEXE A2 : ANNEXE FINANCIÈRE

<i>Financement des tâches</i>	<i>Montant €</i>
<b>Phase 1</b> Préparation du programme expérimental Préparation et configuration du matériel Calibration de l'échantillon Analyses	27 265,00
<b>Phase 2</b> Calibration de l'essai d'attrition Analyses	17 550,00
<b>Phase 3</b> Calibration du prélèvement des poussières Analyses des poussières	35 100,00
<b>Phase 4</b> Essais en conditions réelles Analyses des poussières Rapports	38 650,00
<b>Montant total HT en €</b>	<b>118 565,00</b>

<i>Montants du financement couverts par la présente convention</i>	<i>Montant € (HT)</i>
<b>Part UNPG<sup>13</sup> (€ HT)</b>	<b>25 000,00</b>
<b>Part USIRF<sup>14</sup> (€ HT)</b>	<b>25 000,00</b>
TVA <sup>15</sup> (20 %)	10 000 ,00
<b>Montant UNPG + USIRF<sup>16</sup> TTC en €</b>	<b>60 000,00</b>

<i>Montant des subventions P181 + P172 du MEDDE et du BRGM</i>	<i>Montant €</i>
<b>Part SCSP MEDDE / BRGM</b>	<b>68 565,00</b>

<sup>13</sup> Financier

<sup>14</sup> Financier

<sup>15</sup> Part financier

<sup>16</sup> Financeurs



## Annexe 4

# Résultats complémentaires des observations sous microscopie électronique (MEB-A)

*Remarque : Limite inhérente de la technique. Du fait de la résolution spatiale de l'analyse élémentaire EDS (de l'ordre de 2  $\mu\text{m}$ ), les spectres présentés peuvent ne pas correspondre à la composition de la seule particule analysée, mais peuvent contenir des éléments provenant des particules situées à proximité immédiate ou sous-jacente, particules de dimension nanométrique.*

## Echantillon de granodiorite (GRAN)

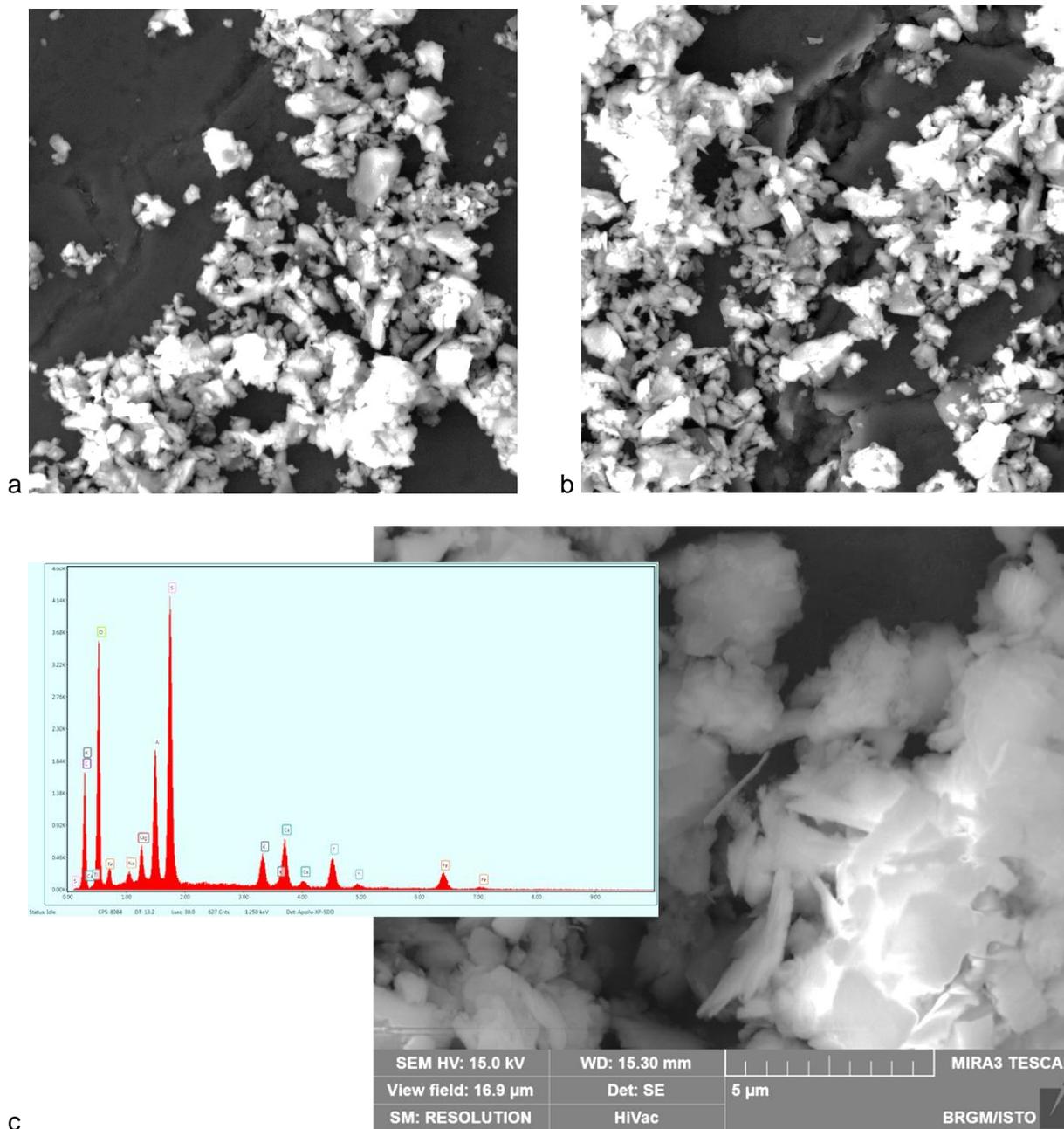
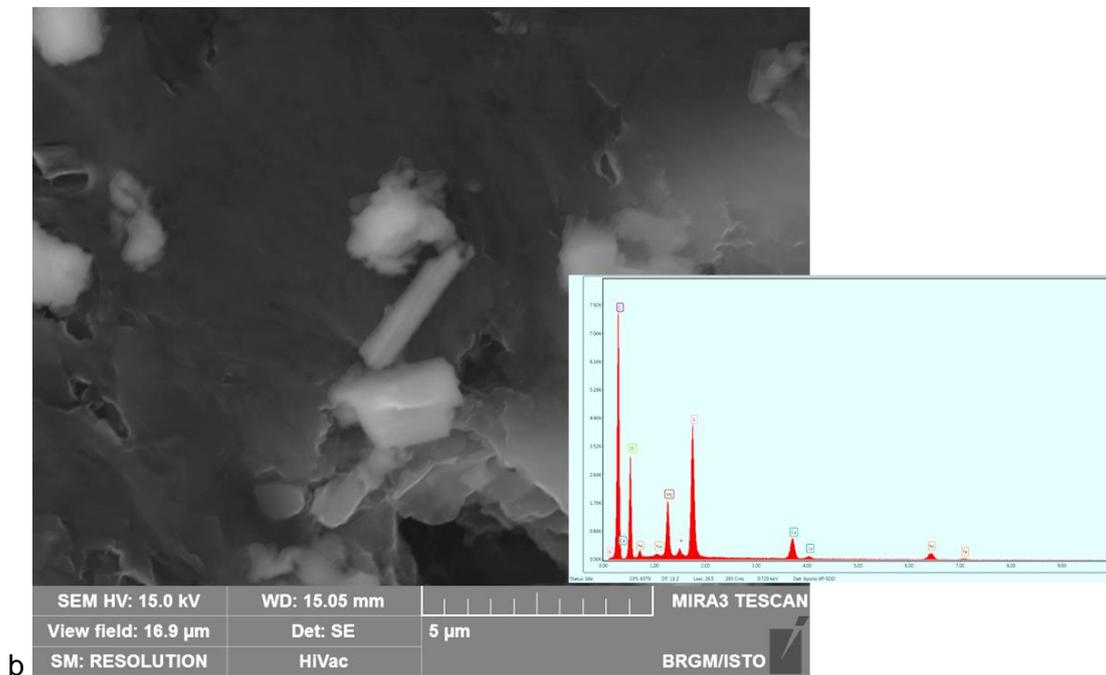
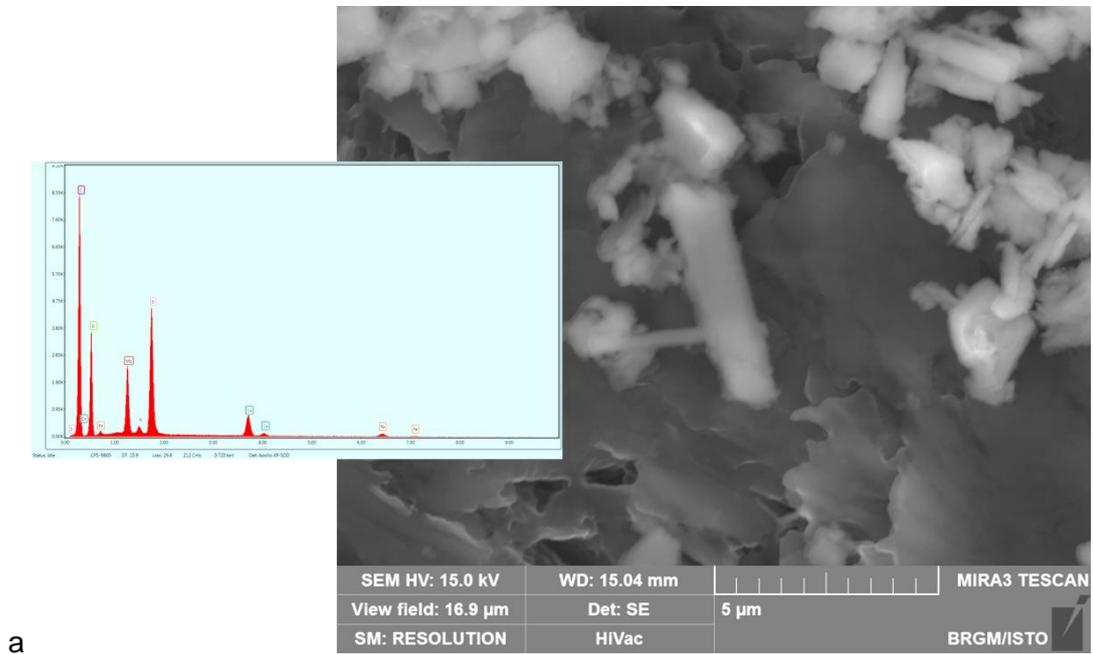


Illustration 37 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS

Particules de quartz, plagioclases et biotite (a et b) – Plaquettes de micas (c)

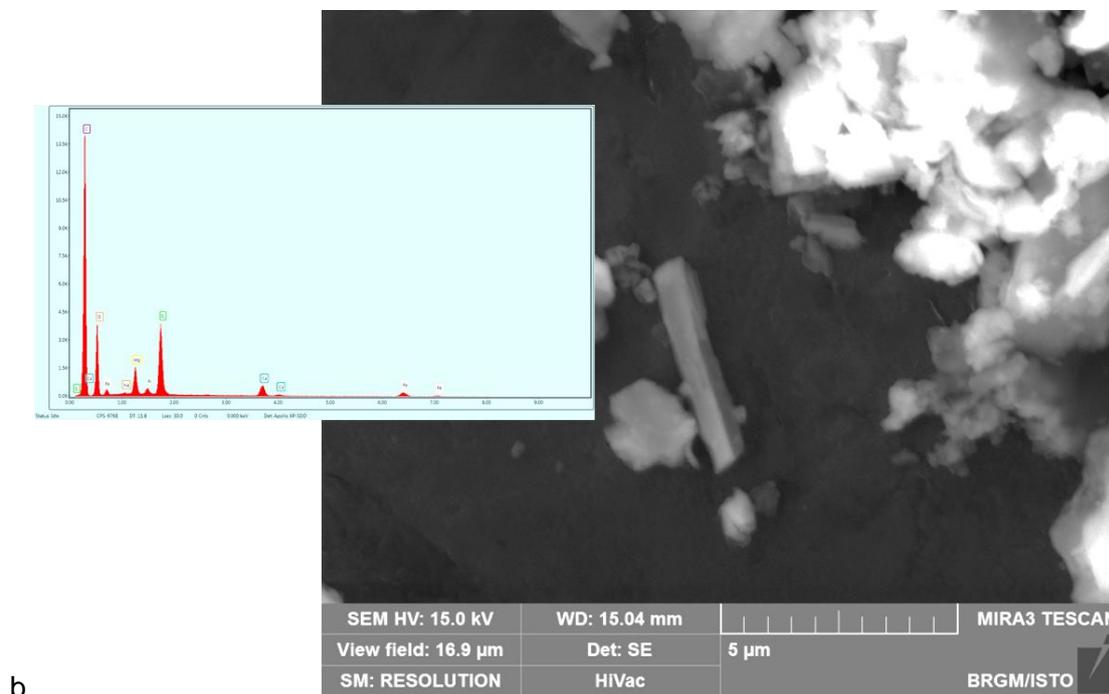
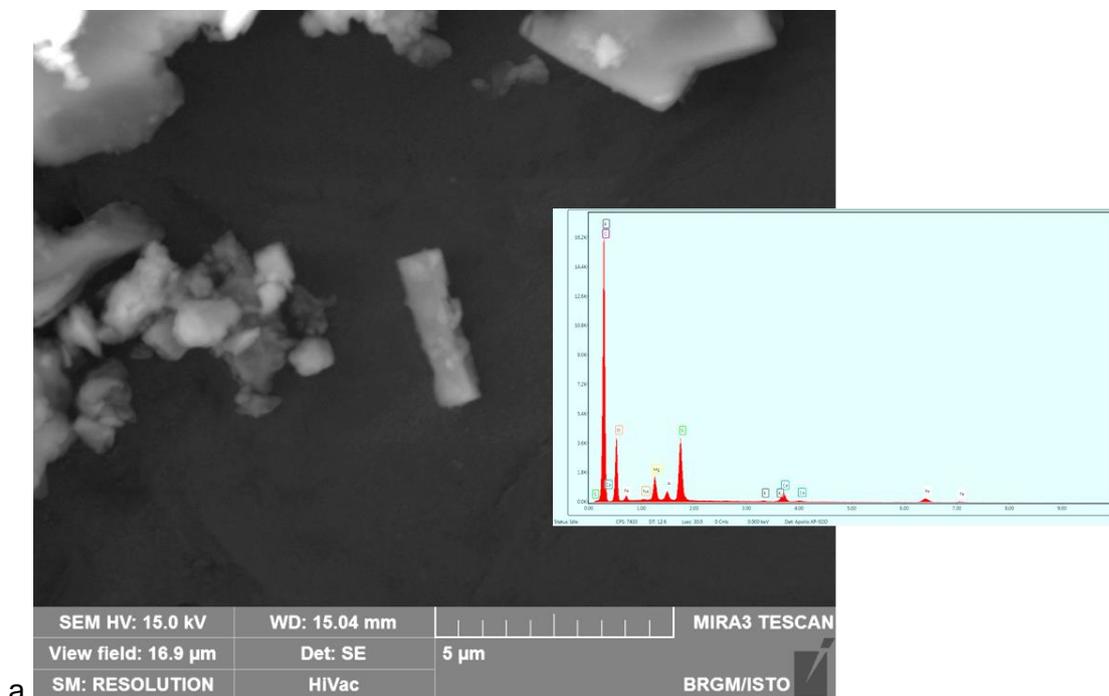
## Echantillon d'amphibolite rétro-morphosée (PIM1)



*Illustration 38 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS*

Fragments de clivage de magnésio-hornblende trapue (a et b)

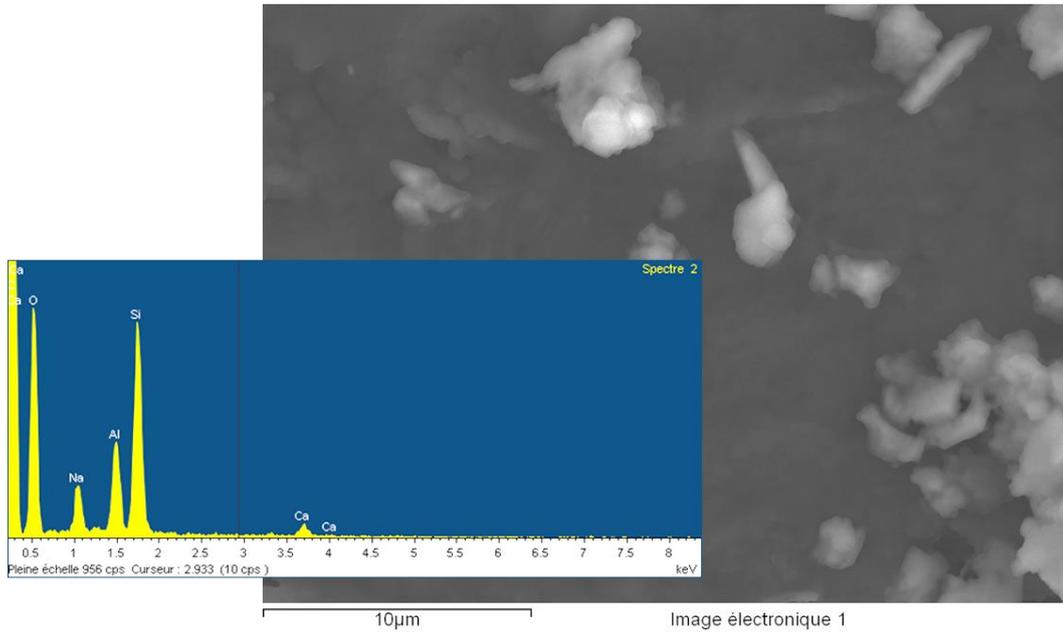
## Echantillon de gneiss / amphibolite (PIM2)



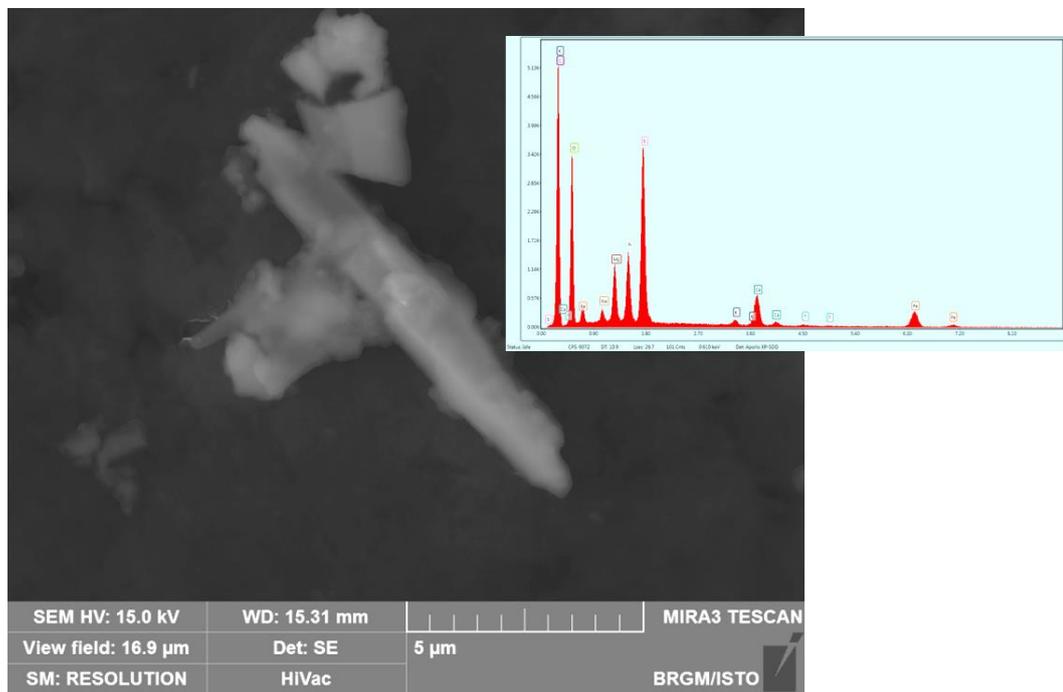
*Illustration 39 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS*

Particules allongées d'amphiboles trapues et régulières (a et b)

## Echantillon d'amphibolite à hornblende (PIM3)



a

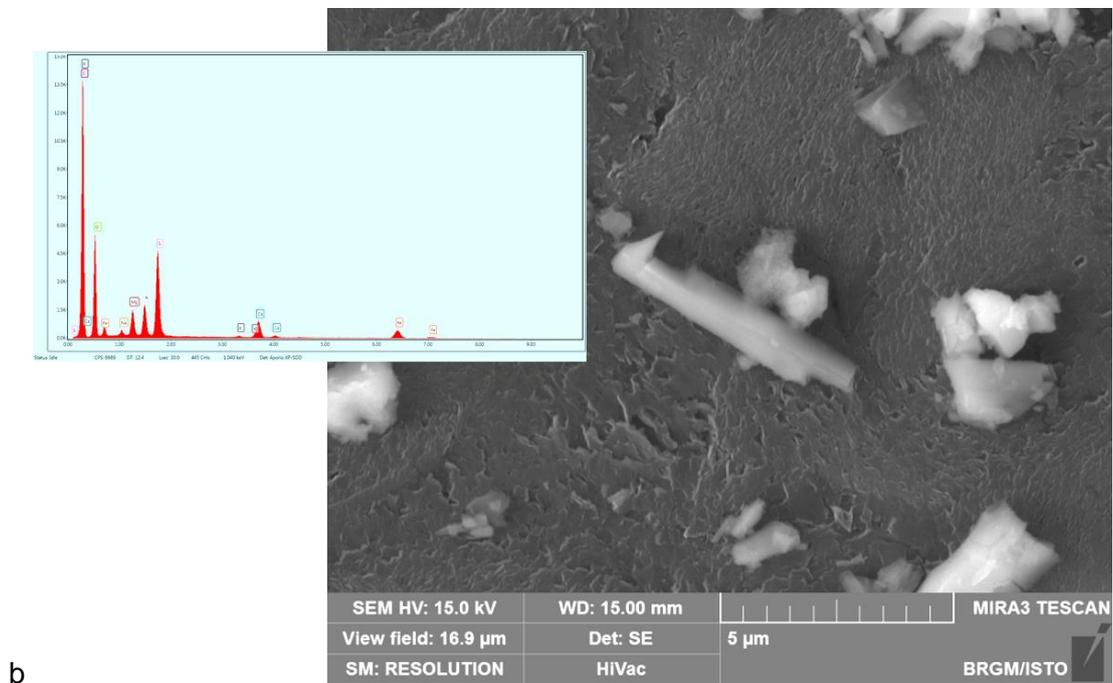
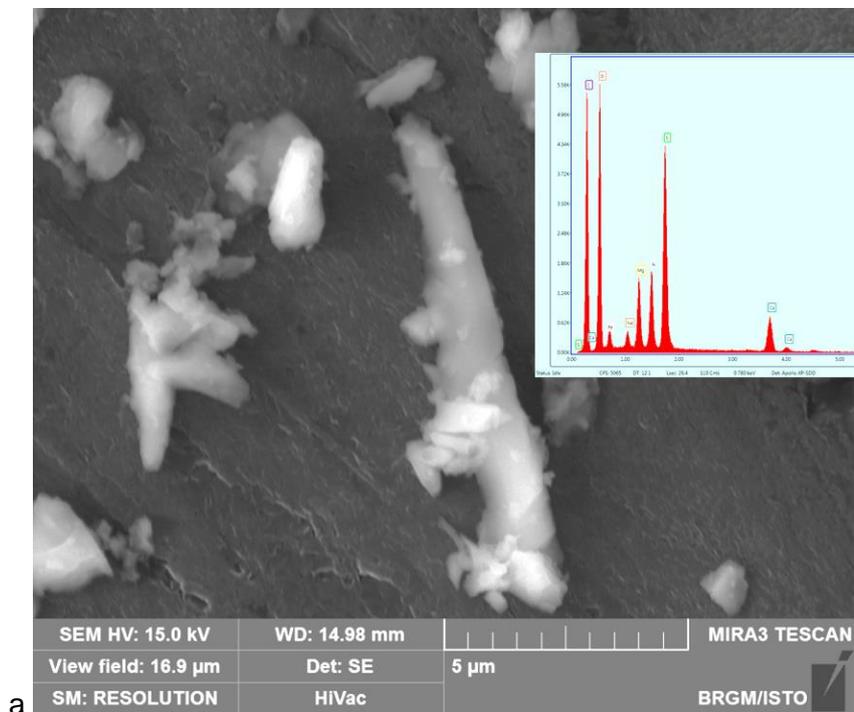


b

Illustration 40 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS

Particules allongées d'amphiboles très irrégulières (a et b)

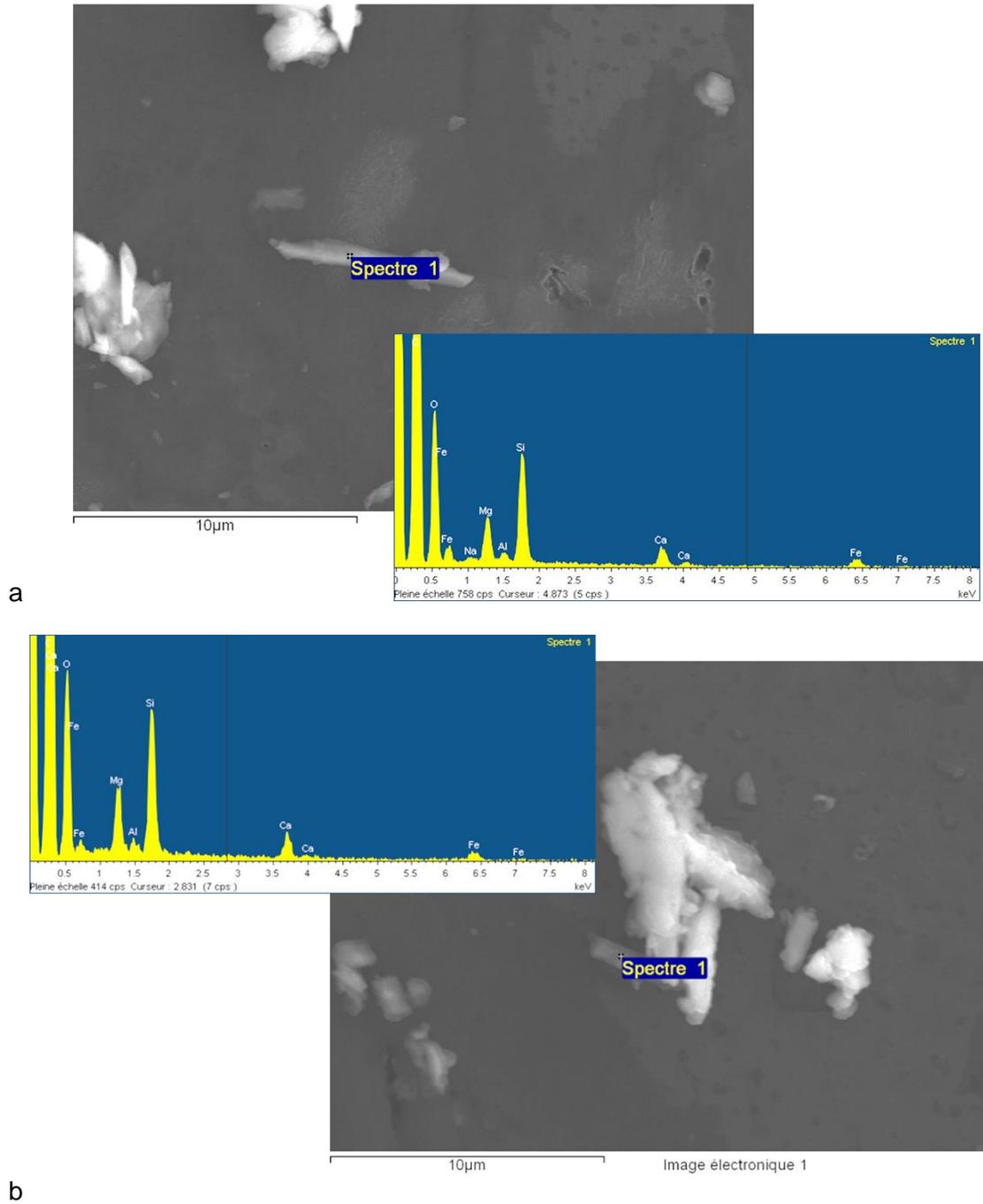
## Echantillon d'amphibolite à hornblende (PIM4)



*Illustration 41 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS*

Particules allongées d'amphiboles de type fragments de clivage irréguliers (a et b)

## Echantillon d'amphibolite à actinolite (PIM5)



*Illustration 42 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS*

Particules allongées d'amphiboles de type PMA ou fragments de clivage très irréguliers (a et b)

## Echantillon d'amphibolite à actinolite (PIM6)

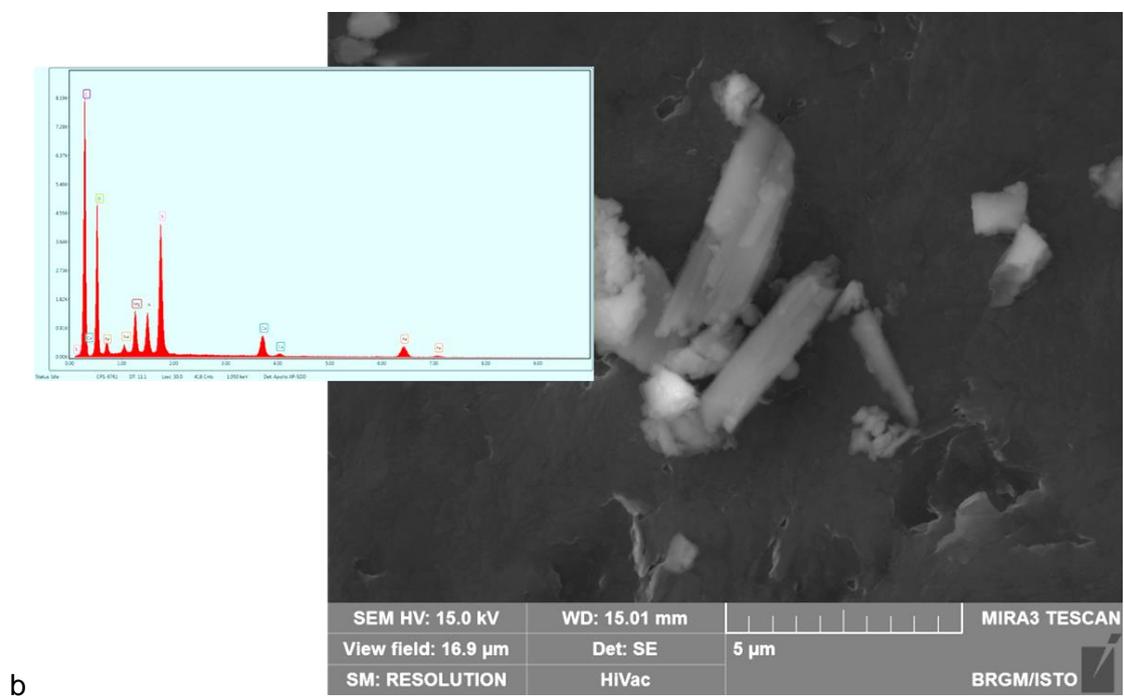
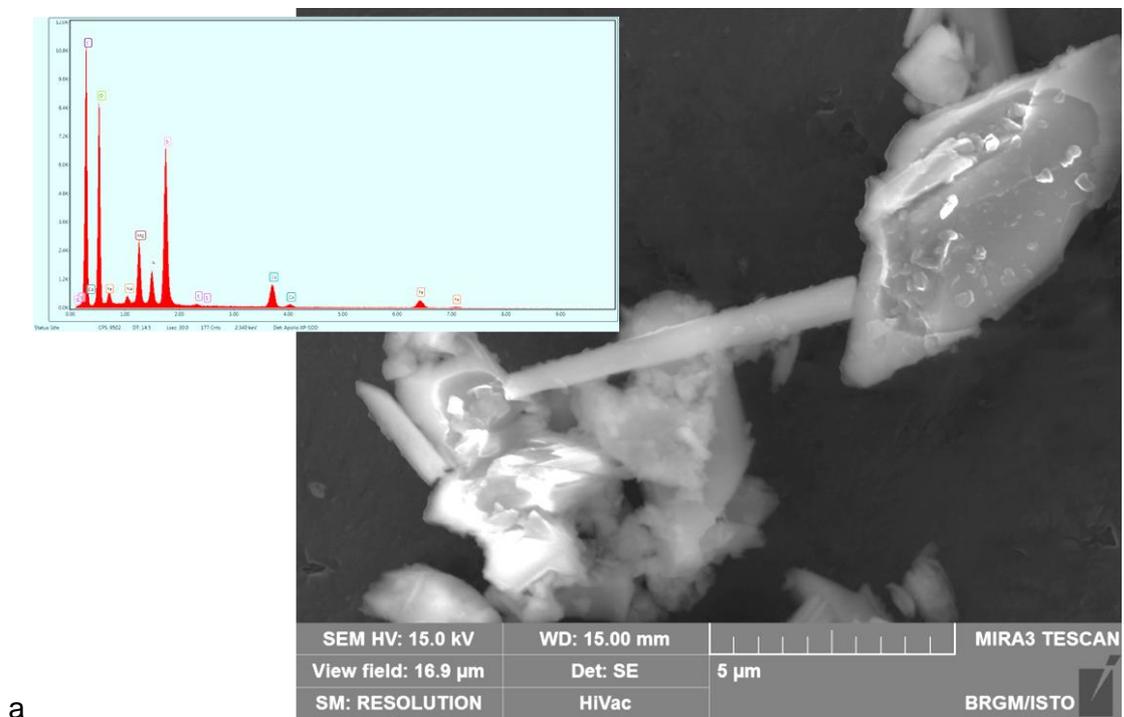


Illustration 43 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS

Particules allongées d'actinolite : PMA (a) ou fragments de clivage subdivisés (b)

## Echantillon de dolérite hydrothermalisée (PIM7)

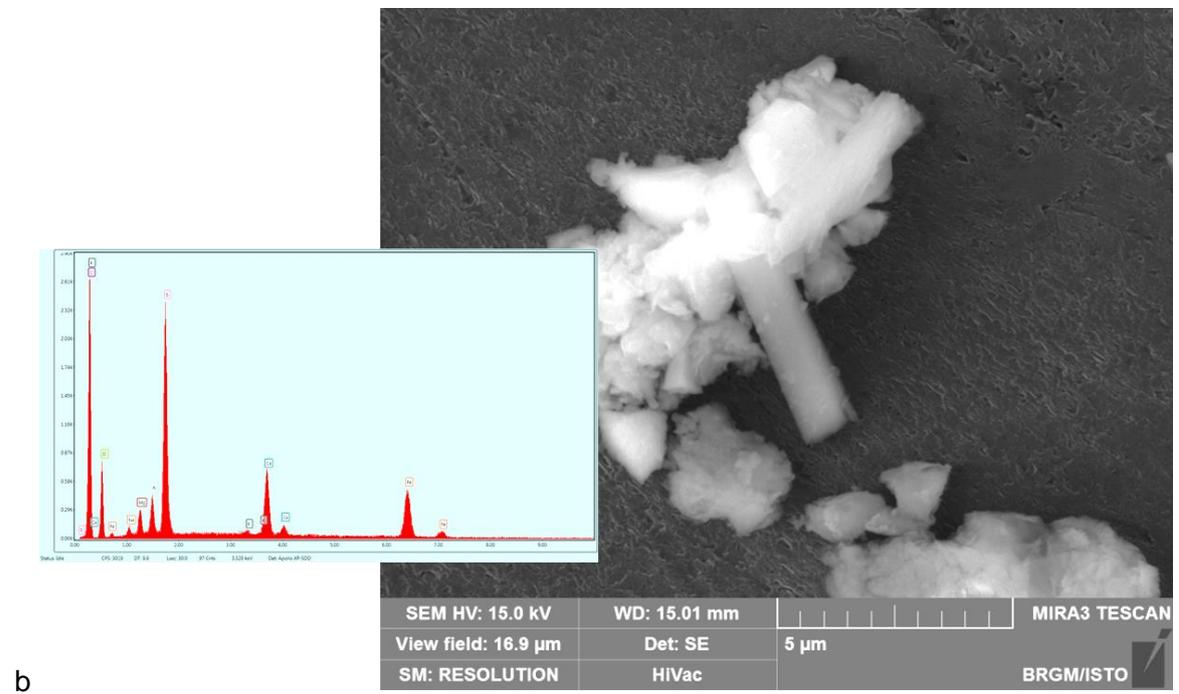
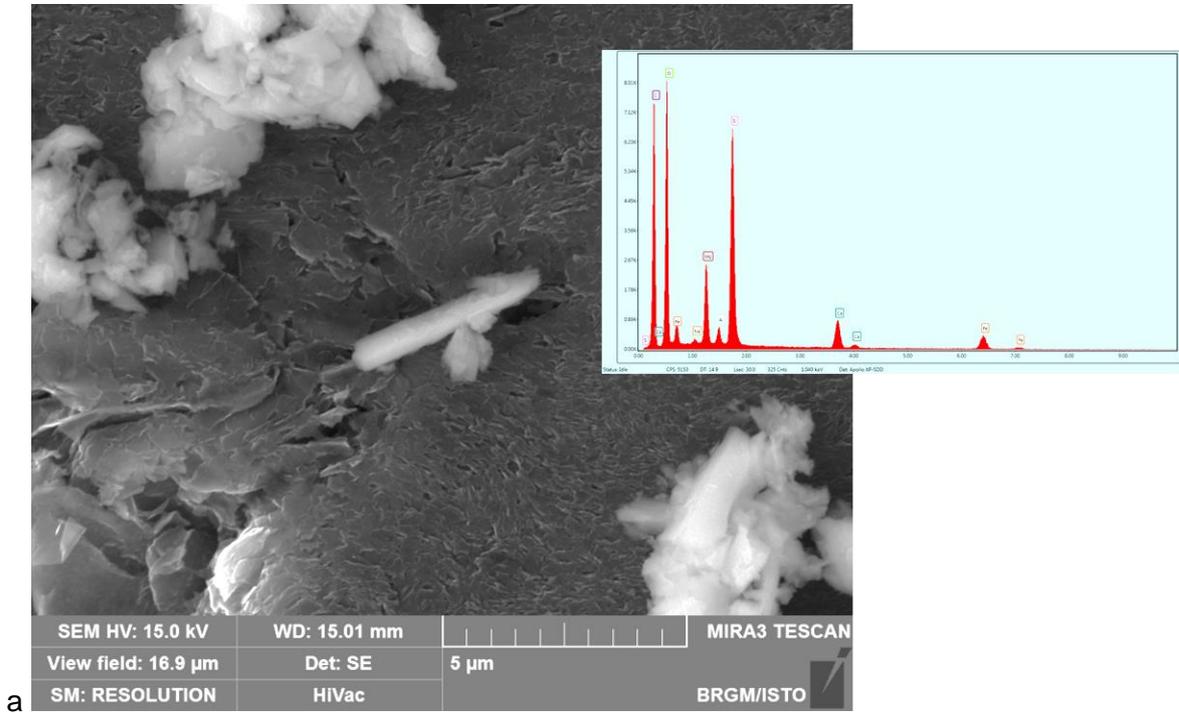


Illustration 44 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS

Particules allongées d'amphibole : PMA (a) ou fragments de clivage légèrement subdivisés (b)

## Echantillon de dolérite hydrothermalisée (PIM8)

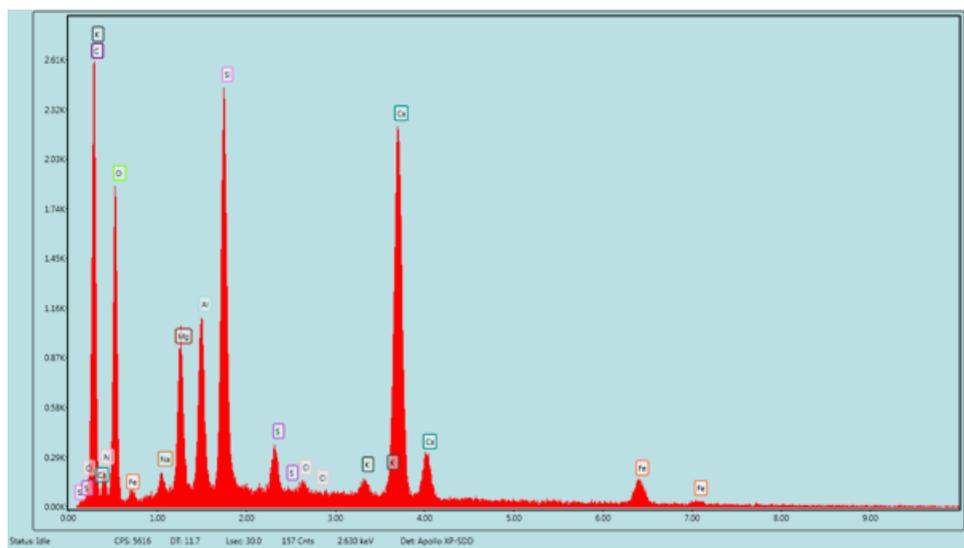
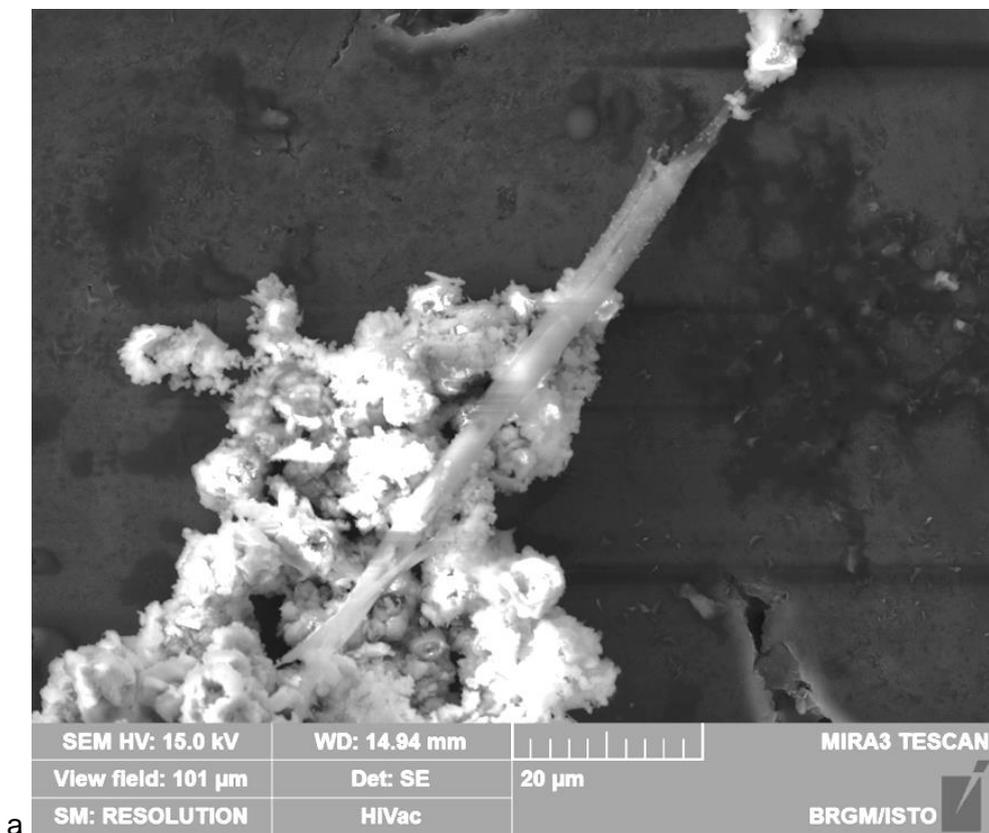


Illustration 45 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS

Particule allongée non identifiée de type fragments de clivage +/- subdivisé (a)

## Echantillon de serpentines à chrysotile (GACO)

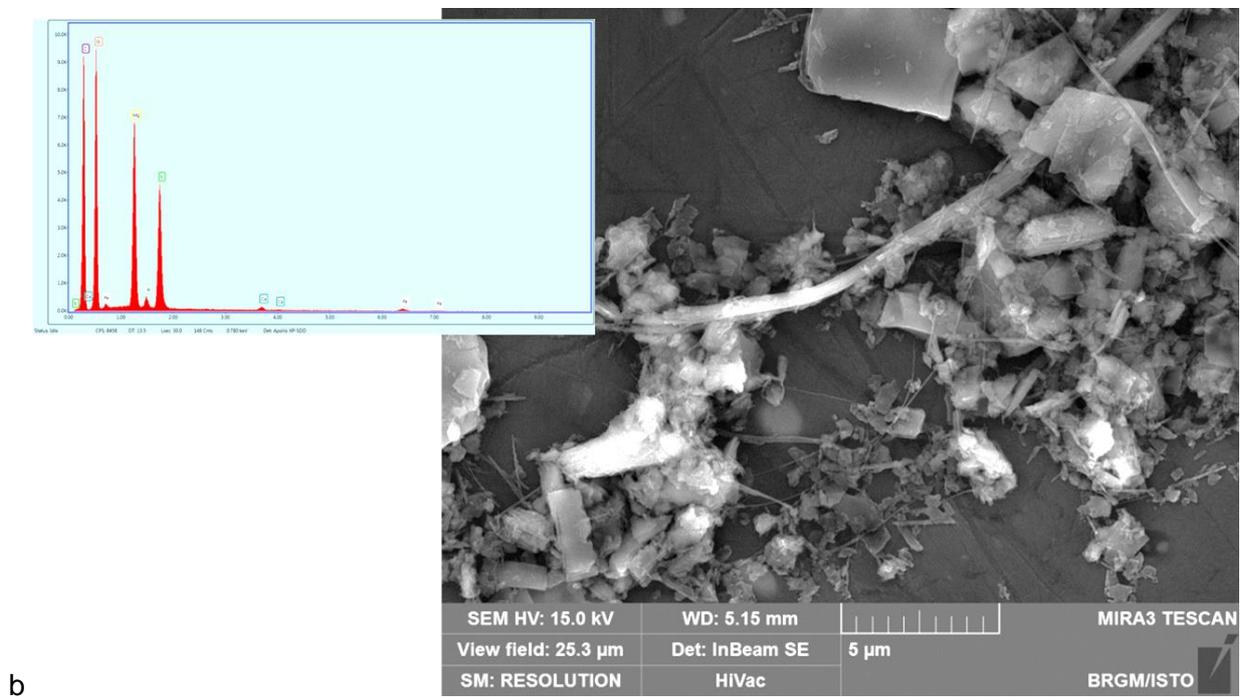
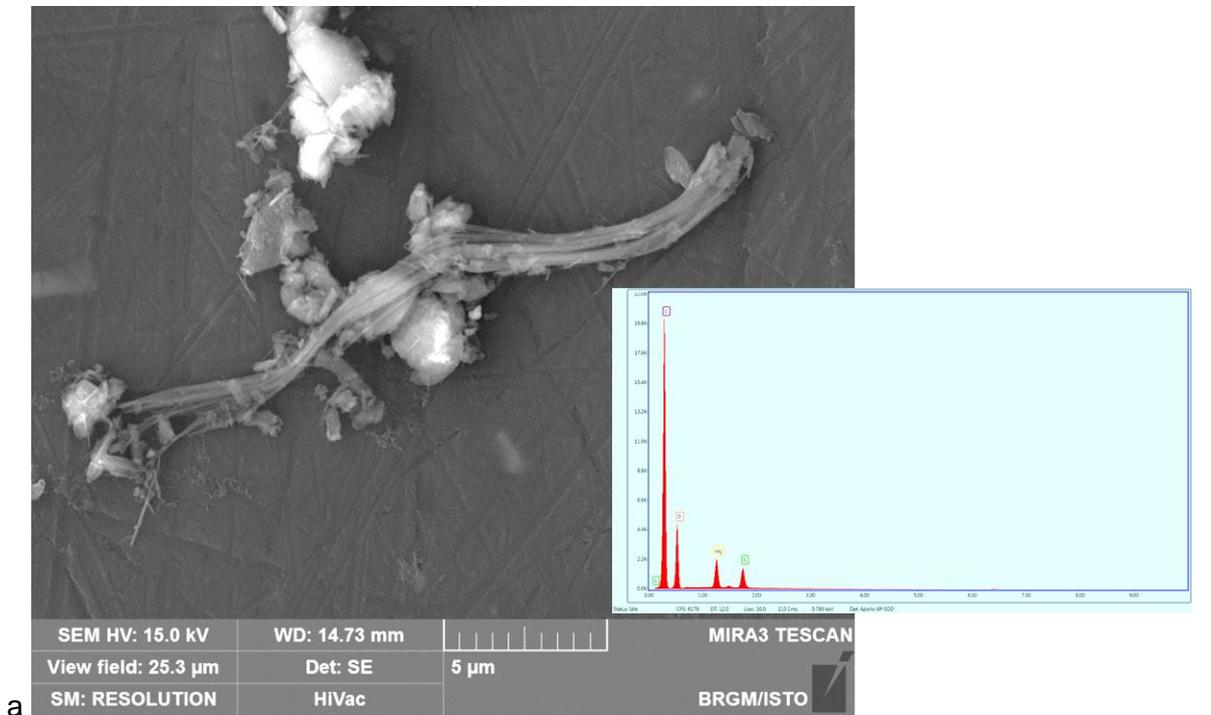


Illustration 46 - Observations sous MEB-A avec spectres EDS

Chrysotile en faisceaux et fibres isolées (a et b)



## **Annexe 5**

# **Procédure opératoire détaillée de le mise en œuvre du protocole « PIMAC »**

## Procédure opératoire détaillée de la mise en œuvre du protocole « PIMAC »

La mise en œuvre du protocole « PIMAC » nécessite de disposer du matériel et des appareillages modifiés tels que décrits au chapitre 3.1.

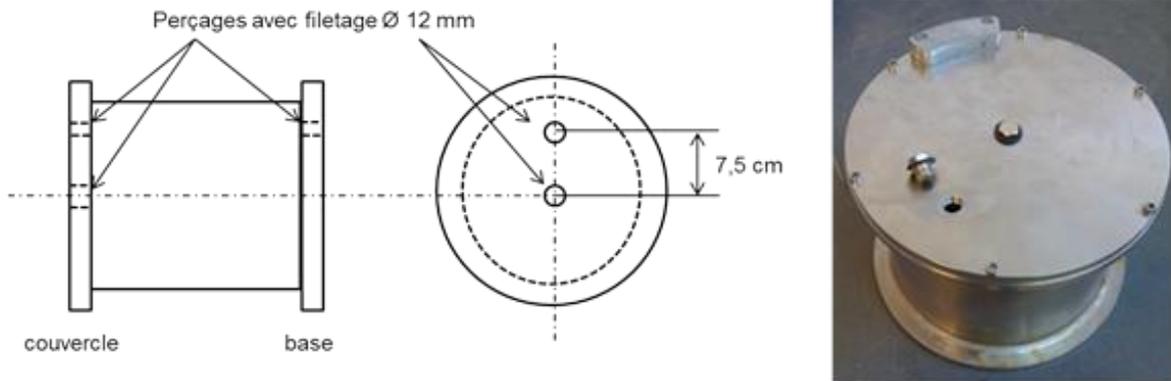


Illustration 47 – Schéma de modification des jarres micro-Deval



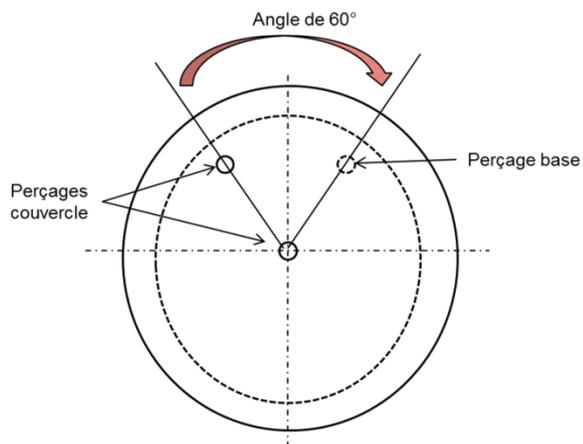
Illustration 48 – Vue du couvercle de la jarre avec ses perçages en diamètre 12 mm, la vis de fermeture avec son joint et le raccord rapide de type « air comprimé »

**La procédure opératoire se décline en respectant la description détaillée suivante :**

**1** – Préparer et peser 2 kg d'échantillon pour une petite jarre, 5 kg pour une grande jarre ;

**2** – Déposer l'échantillon dans une jarre micro-Deval propre ;

**3** – Fermer le couvercle de la jarre et s'assurer que les trois orifices (deux du couvercle et un à la base de la jarre) soient bien fermés (vis et joint) – le couvercle doit être positionné de manière à ce que les deux orifices périphériques (base et couvercle de la jarre) forment un angle de 60° ;



*Illustration 49 – Schéma de montage du couvercle de la jarre*

**4** – Placer la jarre sur la machine micro-Deval ;

**5** – Programmer l'appareil micro-Deval pour 30 minutes, soit 3000 tours ;

**6** – Mettre la machine micro-Deval en marche ;

**7** – A l'arrêt de la machine micro-Deval, placer aussitôt la jarre sur un support stable de manière à ce que les deux orifices périphériques (base et couvercle de la jarre) soient situés vers le haut ;

**8** – La jarre doit rester au repos durant 10 minutes ;

**9** – Pendant ce temps, remplacer les deux vis des orifices périphériques (base et couvercle de la jarre) par les raccords rapides. Attention, il faut enlever la première vis et la remplacer par le raccord puis faire de même avec la seconde vis, en aucun cas les deux vis doivent être enlevées simultanément, de manière à ne pas provoquer ni de turbulence au sein de la jarre, ni une pollution du laboratoire. Les vis doivent aussitôt être lavées et séchées ;

**10** – Raccorder sur le couvercle de la jarre une cassette équipée d'un filtre à l'aide d'un morceau de tuyau. L'aspiration se faisant vers la jarre et cette cassette sera positionnée pour filtrer l'air aspiré à l'intérieur de la jarre de manière à ne pas polluer l'échantillon prélevé par des particules présentes dans l'air du laboratoire ;

**11** - Raccorder ensuite sur la base de la jarre une seconde cassette équipée d'un filtre à l'aide d'un morceau de tuyau. L'aspiration se faisant depuis la jarre et cette cassette sera positionnée pour filtrer l'air aspiré de l'intérieur de la jarre pour récupérer les particules en suspension. Sur la face opposée, la cassette sera raccordée à la pompe à l'aide d'un morceau de tuyau.

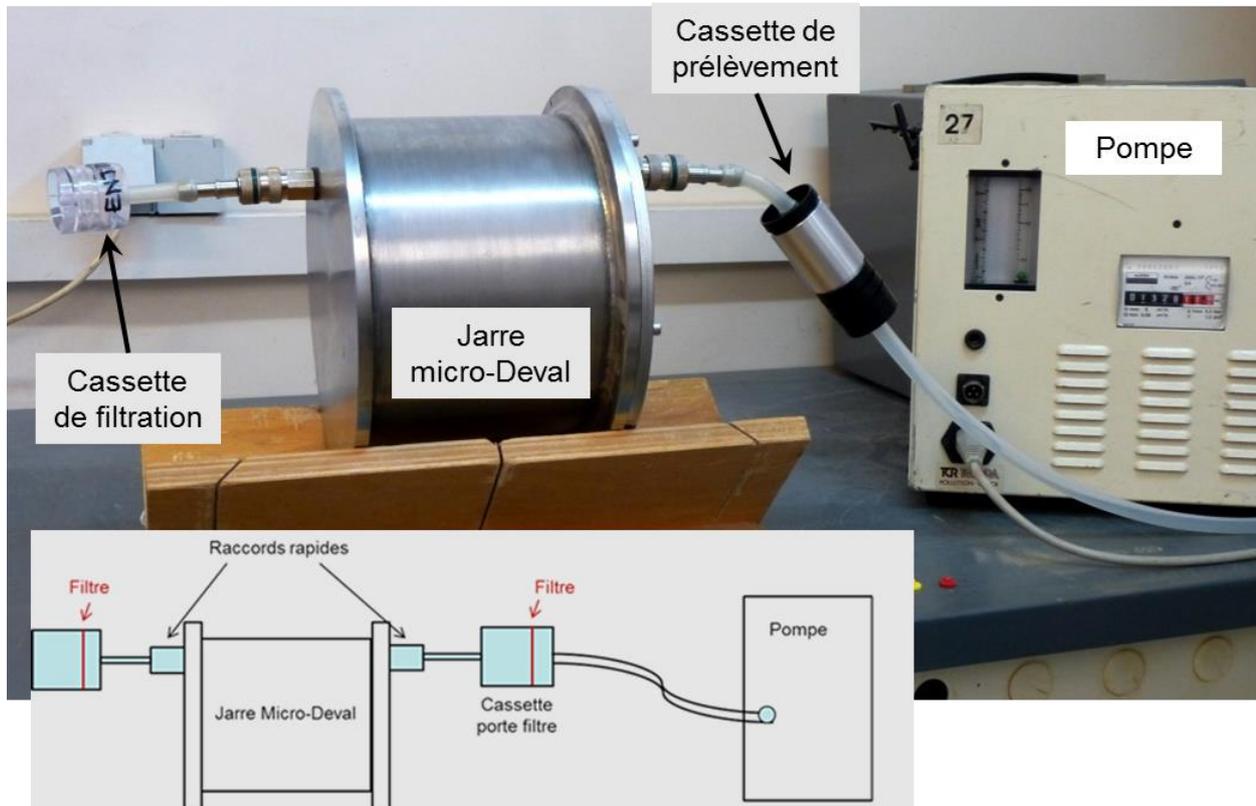


Illustration 50 – Schéma et présentation du montage des cassettes et du raccordement à la pompe

**12** – Mettre en route la pompe (débit 3 litres par minute) durant 5 minutes ;

**13** – A l'arrêt de la pompe, enlever la cassette, son tuyau et son raccord, côté couvercle de la jarre micro-Deval ;

**14** – Débrancher ensuite la pompe de la cassette de prélèvement, enlever la cassette et replacer les deux bouchons de fermeture sur la cassette qui sera référencée pour transmission au laboratoire d'analyse ;

**15** – Enlever le tuyau et son raccord, côté base de la jarre micro-Deval et remplacer le raccord rapide par la vis et son joint ;

**16** – Placer la jarre dans le sens vertical, replacer sur le couvercle la cassette ayant servi à la filtration de l'air en entrée de jarre au moment du prélèvement des poussières, son tuyau et son raccord, en inversant le sens de la cassette : celle-ci devant retenir les poussières encore présentes dans la jarre au moment du remplissage de la jarre avec de l'eau ;

**17** – Défaire la vis centrale du couvercle de la jarre micro-Deval et y placer un tuyau de remplissage relié à un entonnoir, remplir la jarre avec 4 litres d'eau, remettre la vis centrale avec son joint et secouer la jarre ;

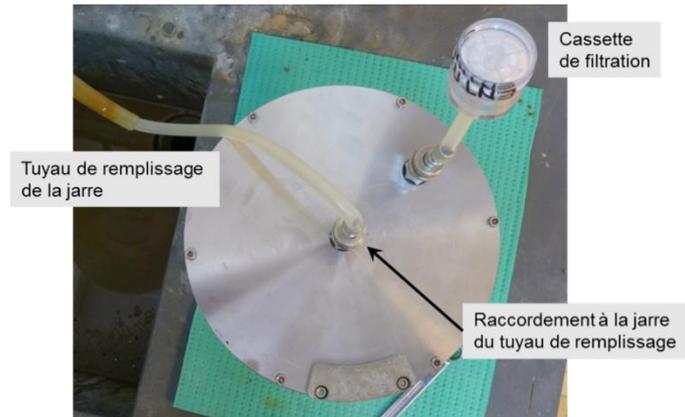


Illustration 51 – Illustration du montage de remplissage de la jarre avec de l'eau

**18** – Le couvercle de la jarre peut être ouvert, l'échantillon récupéré\* ou mis en déchets, la jarre et son couvercle sont lavés, rincés et séchés ;

**19** – La seconde cassette ayant servi à la filtration de l'air, est placée en déchets de laboratoire, potentiellement contaminé en amiante.

*\* dans certains cas, il peut être utile de récupérer l'échantillon, en totalité ou en partie (fraction fine) ; l'échantillon sera obligatoirement sous eau et il conviendra de mettre en œuvre toutes les précautions et mesures de prévention et de sécurité liées à la possibilité de présence d'amiante en cas de séchage même partiel de l'échantillon.*

**NB :** Cette procédure opératoire est susceptible d'évoluer en fonction des observations et des résultats obtenus au cours de sa mise en œuvre sur d'autres échantillons ou d'autres contextes que ceux de la présente étude.





**Centre scientifique et technique**  
**Direction des Laboratoires**  
3, avenue Claude-Guillemin  
BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34  
[www.brgm.fr](http://www.brgm.fr)