

anses

agence nationale de sécurité sanitaire
alimentation, environnement, travail



Connaître, évaluer, protéger

Effets sanitaires et identification des fragments de clivage d'amphiboles issus des matériaux de carrière

Avis de l'Anses

Rapport d'expertise collective

Décembre 2015

Édition scientifique



anses

agence nationale de sécurité sanitaire
alimentation, environnement, travail



Connaître, évaluer, protéger

Effets sanitaires et identification des fragments de clivage d'amphiboles issus des matériaux de carrière

Avis de l'Anses

Rapport d'expertise collective

Décembre 2015

Édition scientifique

Le directeur général

Maisons-Alfort, le 4 décembre 2015

AVIS

de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail

**relatif aux « Effets sanitaires et à l'identification des fragments de clivage d'amphiboles
issus des matériaux de carrière»¹**

L'Anses met en œuvre une expertise scientifique indépendante et pluraliste.

L'Anses contribue principalement à assurer la sécurité sanitaire dans les domaines de l'environnement, du travail et de l'alimentation et à évaluer les risques sanitaires qu'ils peuvent comporter.

Elle contribue également à assurer d'une part la protection de la santé et du bien-être des animaux et de la santé des végétaux et d'autre part l'évaluation des propriétés nutritionnelles des aliments.

Elle fournit aux autorités compétentes toutes les informations sur ces risques ainsi que l'expertise et l'appui scientifique technique nécessaires à l'élaboration des dispositions législatives et réglementaires et à la mise en œuvre des mesures de gestion du risque (article L.1313-1 du code de la santé publique).

Ses avis sont rendus publics.

L'Anses a été saisie le 28 août 2014 par la Direction Générale du Travail (DGT), la Direction Générale de la Prévention des Risques (DGPR) et la Direction Générale de la Santé (DGS) pour la réalisation de l'expertise suivante : Effets sanitaires et identification des fragments de clivage d'amphiboles issus des matériaux de carrière.

1. CONTEXTE ET OBJET DE LA SAISINE

L'Anses a été saisie par la DGT, la DGPR et la DGS suite à des signalements par des services déconcentrés de l'Etat sur la présence possible de fibres d'amiante actinolite dans les granulats d'enrobés routiers, ainsi que de « fragments de clivage ». Dans le cadre des évolutions de la réglementation suite aux avis de l'Afsset de 2009 (Afsset 2009a et 2009b) et de l'Anses de 2010 (Anses, 2010), le décret du 4 mai 2012 relatif aux risques d'exposition à l'amiante a rappelé la portée de l'obligation d'évaluation préalable des risques incombant au donneur d'ordre, sur la base des articles L.4121-3 et L.4531-1 du Code du travail. S'agissant de l'amiante, cela se traduit par des repérages avant travaux, dont les résultats conduisent le donneur d'ordre à mettre ou non son opération sous réglementation amiante et permettent à l'entreprise de procéder à sa propre analyse de risques. Dans ce contexte réglementaire, la circulaire du 15 mai 2013 de la Direction Générale des Infrastructures, des Transports et de la Mer (DGITM) du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) porte instruction sur la gestion des risques sanitaires liés à l'amiante dans le cas de travaux sur les enrobés amiantés du réseau routier national non concédé. Cette instruction opérationnelle porte notamment sur la cartographie des zones amiantées, les modalités d'intervention, la gestion des déchets, l'information du personnel et

¹ Annule et remplace l'avis du 30 octobre 2015. Voir annexe 1.

s'applique au réseau routier national. De nombreuses analyses d'amiante ont en conséquence été réalisées sur différents chantiers routiers, dans l'objectif de rechercher de l'amiante chrysotile. En effet, le chrysotile a été utilisé volontairement dans les enrobés routiers dans les années 1975-1995 à hauteur de 1 % en masse pour ses propriétés de résistance. Ce faisant, la présence d'actinolite dans les granulats a été décelée lors de l'analyse des carottages effectués. Contrairement au chrysotile, l'actinolite identifiée dans les granulats n'a pas été ajoutée intentionnellement, mais est naturellement présente dans les roches extraites des carrières ces dernières décennies pour la fabrication d'enrobés routiers.

Dans la réglementation européenne, le terme amiante fait référence à 6 minéraux présents naturellement dans plusieurs types de roche : une serpentine, le chrysotile, et cinq amphiboles, l'actinolite-amiante, l'anthophyllite-amiante, la trémolite-amiante, l'amosite et la crocidolite. Ces minéraux ont été exploités commercialement pour leurs propriétés physiques et chimiques, telles que leur faible conductivité électrique et thermique, leur bonne stabilité chimique, leur durabilité, leur haute résistance à la traction, leur flexibilité, etc.

Dans l'environnement naturel, l'actinolite (mais également les autres amphiboles) peut se présenter sous différentes morphologies, asbestiformes ou non asbestiformes. Seules les morphologies asbestiformes des cinq amphiboles précitées et le chrysotile font l'objet d'une réglementation. Toutefois, lorsqu'une contrainte mécanique est appliquée sur les roches contenant de l'actinolite ou une amphibole non asbestiforme homologue des amphiboles réglementées, ces minéraux sont susceptibles de se cliver pour donner des particules plus ou moins allongées appelées « fragments de clivage » qui peuvent parfois être comptabilisés, du fait notamment de leurs caractéristiques dimensionnelles, comme des fibres d'amiante.

Si les effets sanitaires induits par les formes asbestiformes des cinq amphiboles réglementaires sont bien documentés, il existe actuellement des incertitudes sur la toxicité induite par les fragments de clivage. De plus, les méthodes analytiques actuelles ne permettent pas de différencier de façon simple les fragments de clivage des fibres asbestiformes, quelle que soit la nature de l'échantillon.

Dans ce contexte, les demandes formulées dans la saisine sont les suivantes :

1/ Faire une revue des données toxicologiques et épidémiologiques relatives aux fragments de clivage des minéraux à faciès non asbestiforme suivants : actinolite, anthophyllite, trémolite, grunérite et riébeckite. Quelles sont les conclusions quant à leur effet sur la santé ?

2/ Quel est l'état des lieux des données disponibles concernant les expositions spécifiques aux fragments de clivage issus des minéraux cités précédemment ?

3/ Existe-t-il des méthodes d'analyse de routine, c'est-à-dire pouvant être mises en œuvre par des organismes accrédités par le Cofrac², permettant de distinguer les fibres d'actinolite-amiante, d'anthophyllite-amiante de trémolite-amiante, d'amosite et de crocidolite d'une part, des fragments de clivage issus des amphiboles (non asbestiformes) d'actinolite, de trémolite, d'anthophyllite, de grunérite, et de riébeckite d'autre part ?

Dans la négative, quelles sont les techniques complémentaires qui permettraient de faire cette distinction ? En particulier, des critères supplémentaires autres que les critères morphologiques aujourd'hui utilisés (longueur (L), diamètre (D) et rapport d'allongement (L/D)) ont-ils été étudiés ?

En conclusion de l'expertise, des recommandations concernant la protection et la prévention des risques pour la santé des personnes exposées à ces fragments de clivage pourront éventuellement être proposées.

² Comité français d'accréditation

Suite aux échanges préliminaires entre l'Anses, la DGT, la DGS et la DGPR, il a été convenu que la question 2 porterait sur les expositions professionnelles uniquement, et que la question 3 porterait sur le prélèvement et l'analyse des fibres dans les matériaux et dans l'air. Le contrat d'expertise a été signé le 30 septembre 2014 entre l'Anses et les trois directions ministérielles.

2. ORGANISATION DE L'EXPERTISE

L'expertise a été réalisée dans le respect de la norme NF X 50-110 « Qualité en expertise – Prescriptions générales de compétence pour une expertise (Mai 2003) ».

L'expertise relève du domaine de compétences du comité d'experts spécialisé (CES) « Evaluation des risques liés aux milieux aériens ». L'Anses a confié l'expertise au groupe de travail « Fragments de clivage ». Les travaux ont été présentés au CES tant sur les aspects méthodologiques que scientifiques entre février et octobre 2015. Ils ont été adoptés par le CES « Evaluation des risques liés aux milieux aériens » réuni le 15 octobre 2015.

L'Anses analyse les liens d'intérêts déclarés par les experts avant leur nomination et tout au long des travaux, afin d'éviter les risques de conflits d'intérêts au regard des points traités dans le cadre de l'expertise.

Les déclarations d'intérêts des experts sont rendues publiques *via* le site internet de l'Anses (www.anses.fr).

La réalisation de ces travaux s'est appuyée sur une synthèse et une analyse critique des données publiées dans la littérature (articles scientifiques, rapports institutionnels, normes d'analyse) et sur les précédents travaux de l'Anses relatifs aux fibres minérales :

- Rapport d'expertise collective « Fibres courtes et fibres fines d'amiante. Prise en compte du critère dimensionnel pour la caractérisation des risques sanitaires liés à l'inhalation d'amiante. Réévaluation des données toxicologiques, métrologiques et épidémiologiques dans l'optique d'une évaluation des risques sanitaires en population générale et professionnelle » (Afsset, 2009) ;
- Rapport d'étude « Affleurements naturels d'amiante » (Anses, 2010) ;
- Rapport d'expertise collective « Evaluation des risques relatifs au talc seul et au talc contaminé par des fibres asbestiformes et non asbestiformes » (Anses, 2012) ;
- Rapport d'expertise collective « Evaluation de la toxicité de l'antigorite » (Anses, 2014).

La collecte des informations nécessaires à la réalisation de cette expertise s'est également appuyée sur les auditions de représentants :

- De la Fédération Nationale des Travaux Publics (FNTP) ;
- De l'Union des syndicats de l'industrie routière française (USIRF) ;
- De l'Union nationale des industries de carrières et matériaux de construction (UNICEM) ;
- Du syndicat des Carrières Indépendantes du Grand Ouest (CIGO).

Des experts et des personnalités extérieures susceptibles d'apporter des informations et des données complémentaires relatives, notamment, aux techniques d'analyse des fibres dans les matériaux et dans l'air ont également été auditionnés.

Une consultation internationale des agences ou autorités nationales dans les domaines de la sécurité sanitaire et/ou du travail (Europe, Amérique du Nord, Australie, Afrique du Sud) a été conduite pour connaître les pratiques mises en œuvre à l'étranger sur l'analyse des fragments de clivage et la réglementation applicable, et pour identifier des études en cours sur les particules minérales (métrologie, exposition, toxicologie ou épidémiologie).

3. ANALYSE ET CONCLUSIONS DU GT ET DU CES

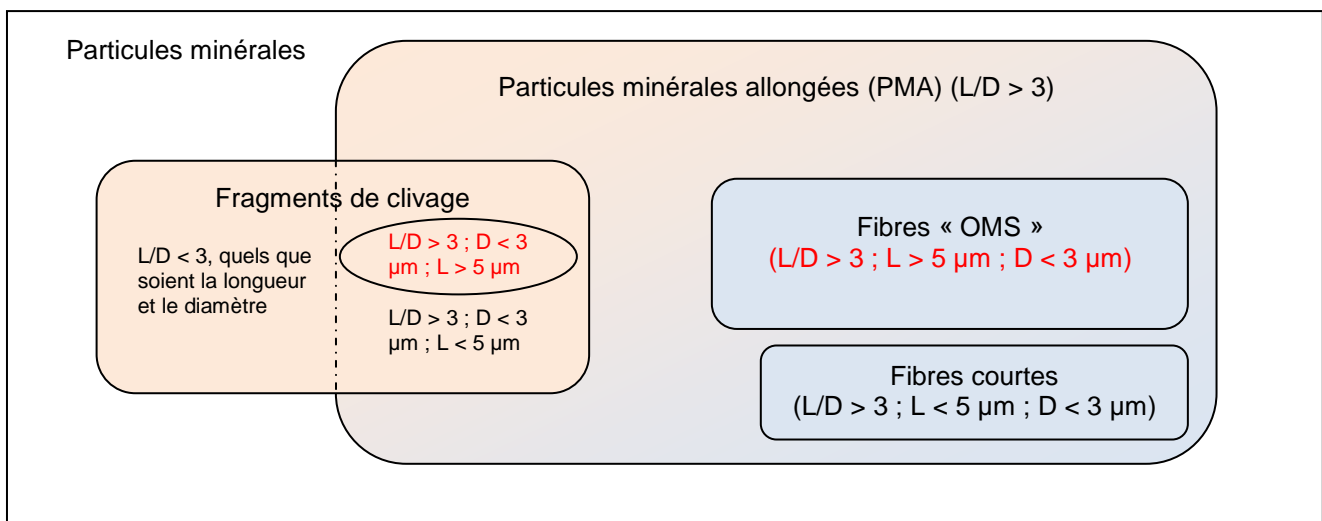
■ Synthèse des résultats d'expertise

Il existe une importante variabilité des définitions relatives aux particules minérales. Dans le cadre de cette expertise, **le terme fragment de clivage se rapporte aux particules minérales issues de la fragmentation d'amphiboles non asbestiformes, et ayant les dimensions d'une fibre :**

- Dans l'air, les fibres prises en compte pour le mesurage des niveaux d'empoussièrement sont celles ayant une longueur minimale de 5 µm, un diamètre maximal de 3 µm, et un rapport d'allongement supérieur à 3 ($L > 5 \mu\text{m}$; $D < 3 \mu\text{m}$ et $L/D > 3$). Ces dimensions font référence à la définition par l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) d'une fibre susceptible d'être inhalée.
- Dans les matériaux, aucun document ne fixe les critères dimensionnels à prendre en compte pour qualifier la présence de fibres d'amiante. La norme NF X 43-050 spécifie, pour les analyses réalisées en microscopie électronique à transmission analytique (META), qu'une fibre correspond à un objet ayant un rapport d'allongement supérieur à 3.

Le terme « particule minérale allongée » (PMA) s'applique à toute particule minérale ayant un rapport d'allongement supérieur à 3 ($L/D > 3$), sans tenir compte de son origine asbestiforme ou non asbestiforme. Dans le cadre de cette expertise, les PMA d'intérêt sont celles susceptibles d'être inhalées ($D < 3 \mu\text{m}$).

La figure 1 présente les différentes particules minérales en fonction de leur morphologie (asbestiforme ou non asbestiforme) et de leurs dimensions.



Légende (en rouge, dimensions d'une fibre « OMS »)

Morphologie non asbestiforme

Morphologie asbestiforme

Figure 1 : Représentation graphique des particules minérales en fonction de leur morphologie et de leurs dimensions

Les amphiboles incluses dans le périmètre d'expertise sont les variétés non asbestiformes des 5 amphiboles réglementaires (*i.e.* actinolite, anthophyllite, trémolite, grunérite, riébeckite). Du fait de l'existence de données préoccupantes quant à la toxicité d'espèces minérales appartenant aux mêmes sous-groupes que certaines de ces amphiboles, en particulier la winchite, la richtérite et la

fluoro-édénite et de leur grande proximité en termes de composition chimique, l'ensemble des amphiboles calciques et calco-sodiques a été inclus dans le périmètre de l'expertise.

- Concernant les effets sanitaires des fragments de clivage :

Sur le plan épidémiologique, des études portant sur la population générale et sur des travailleurs d'industries extractives (ex : travailleurs des mines de taconite, de vermiculite aux USA) exposés à des particules minérales allongées (PMA) d'amphiboles mettent en évidence des excès d'incidence et/ou de mortalité par mésothéliome, et/ou par cancers pulmonaires et/ou par d'autres pathologies respiratoires, et/ou des excès d'anomalies pleurales et parenchymateuses. Ces études ne permettent pas d'attribuer les effets sanitaires observés aux seuls fragments de clivage, les populations étudiées étant exposées à des mélanges complexes de particules, comprenant notamment des particules asbestiformes ou de la silice cristalline. Elles ne permettent pas non plus d'exclure un risque pour la santé lié à l'exposition aux fragments de clivage.

Les études les plus informatives sont celles concernant les travailleurs des mines de taconite, exposés, en l'état actuel des données disponibles, à un mélange complexe de particules minérales, dont des « PMA » (d'amphiboles et d'autres espèces minérales), quasi exclusivement non asbestiformes et très majoritairement courtes ($L < 5 \mu\text{m}$) (University of Minnesota, 2014). Cependant, il n'est pas exclu que des PMA asbestiformes, même en très faible proportion, puissent être responsables des excès de mésothéliome et des anomalies pleurales observés. De plus, un biais de confusion lié à l'exposition à l'amiante commercial peut subsister, malgré les ajustements réalisés par les auteurs. Ces études sont en cours jusqu'en 2017.

Des études mettant en évidence des excès de mésothéliomes chez les travailleurs des mines et moulins de vermiculite aux USA (Libby) exposés à des amphiboles composées majoritairement de winchite et de richtérite, ou lors d'exposition environnementale à la fluoro-édénite ont récemment été revues par l'US EPA et le Centre international de recherche sur le cancer (CIRC), qui ont respectivement confirmé la cancérogénicité des amphiboles des mines de vermiculite, (Libby, USA) (« les amphiboles de Libby sont cancérogènes pour l'Homme ») et de la fluoro-édénite (classée agent cancérogène pour l'Homme par le CIRC) (groupe I) (US EPA, 2014 ; IARC, 2014).

Sur le plan toxicologique, plusieurs revues de la littérature ont conclu à la moindre toxicité des « fragments de clivage » par rapport aux fibres asbestiformes mais l'analyse des articles cités dans ces revues, hormis les 3 articles cités ci-dessous, indique que les « fragments de clivage » étudiés n'ont pas les dimensions d'une fibre « OMS » et correspondent à des particules minérales non allongées. Ces revues confirment que les particules minérales non allongées sont non ou moins toxiques que les fibres asbestiformes mais n'apportent pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage tels que définis dans le cadre de cette expertise, c'est-à-dire ayant les dimensions d'une fibre « OMS » ($L > 5 \mu\text{m}$; $D < 3 \mu\text{m}$; $L/D > 3$) (Ilgren, 2004 ; Addison et McConnell, 2008 ; Mossman, 2008 ; Williams *et al.* 2013).

Les recherches bibliographiques conduites dans le cadre de cette expertise n'ont permis d'identifier que trois études *in vitro* ou *in vivo* ayant porté sur les effets toxicologiques de fragments de clivage de trémolite et de ferroactinolite ayant la définition d'une fibre OMS (Davis *et al.* 1991 ; Cyphert *et al.* 2012b ; Kodavanti *et al.* 2014). Ces études mettent en évidence que des échantillons composés « majoritairement de fragments de clivage » induisent des mésothéliomes chez le rat lors d'injections intra-péritonéales et peuvent induire une réaction inflammatoire chez le rat lors d'injections intra-trachéales. Les études ayant comparé la toxicité relative des amphiboles de Libby (correspondant à un mélange de fragments de clivage et de fibres asbestiformes, selon les analyses métrologiques) à des échantillons de fibres d'amiante suggèrent une toxicité moindre de ces amphiboles mais, une fois rapportées au nombre de particules injectées ou ajustées aux dimensions de celles-ci, les différences de toxicité ne sont pas significatives. Les autres études identifiées ne fournissent pas suffisamment d'éléments en vue de caractériser granulométriquement les particules minérales étudiées (dimensions et/ou images de microscopie).

Les autres paramètres modulant la toxicité (biopersistance, contaminants, réactivité de surface etc.) ne sont pas discutés dans ces études.

- Concernant les expositions aux fragments de clivage :

Aucune donnée d'exposition portant spécifiquement sur les fragments de clivage des amphiboles incluses dans le périmètre de l'expertise n'a été identifiée dans la littérature. En France, des mesures d'exposition sur les chantiers routiers et dans les carrières ont été réalisées ou sont en cours de validation. Ces analyses sont réalisées dans le respect des normes en vigueur, ne permettant pas de distinguer formellement les fragments de clivage de leurs homologues asbestiformes. D'autres secteurs professionnels sont potentiellement concernés par la problématique des fragments de clivage, dès lors que les travailleurs interviennent sur des matériaux contenant des amphiboles (ex. creusement de tunnels). Il convient également de rappeler que les travailleurs de ces secteurs industriels peuvent être exposés à d'autres facteurs de risques, tels que la silice cristalline, classée cancérigène pour l'Homme par le CIRC. Les travailleurs réalisant des travaux sur les chaussées peuvent également être exposés au chrysotile sur certains chantiers.

- Concernant le prélèvement et l'analyse des fragments de clivage :

En France, il n'existe actuellement pas de document de référence pour l'échantillonnage en carrières. Les différentes stratégies d'échantillonnage décrites pour l'identification des zones amiantifères (échantillonnage ciblé ou non ciblé) dans le rapport d'étude « affleurements naturels d'amiante » (Anses, 2010), peuvent être mises en œuvre pour la caractérisation des roches en environnement naturel. Pour les matériaux de chaussées, le guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux établi par le Comité de Pilotage national (« Travaux Routiers – Risques Professionnels ») propose de grandes lignes pour l'établissement d'une stratégie lors des chantiers routiers.

Sur le plan métrologique, une attention particulière a été portée sur le fait que le prélèvement, la préparation et l'analyse d'échantillons de matériaux « naturels » sont complexes. En effet, ces matériaux sont susceptibles de contenir de nombreuses particules minérales allongées et leur analyse requiert du temps et des compétences spécifiques. Les procédures existantes pour la préparation de matériaux du bâtiment et pouvant être appliquées aux matériaux naturels ne sont pas suffisamment cadrées et entraînent des disparités en termes de résultats rendus. De même, il n'est actuellement pas exigé des laboratoires de définir leur limite de détection ou leur limite de quantification, ni de les mentionner sur leurs rapports d'essais, ce qui peut conduire à des écarts d'interprétation entre les laboratoires.

Dans l'air et les matériaux, il n'existe actuellement pas de méthode d'analyse de routine qui permette, avec les critères actuels pris en considération, de distinguer formellement les fragments de clivage de leurs homologues asbestiformes. La méthode d'analyse de routine la plus précise est la META, qui permet une caractérisation à la fois morphologique, chimique et cristallographique des objets analysés. Toutefois, cette méthode présente des limites, notamment une vision en deux dimensions qui ne permet pas d'observer les différentes faces de l'objet. Cette technique, telle que décrite dans la norme NF X 43-050³, ne permet pas toujours de faire la distinction entre fibres asbestiformes et fragments de clivage. Dans l'air, les autres méthodes de routine, c'est-à-dire la microscopie optique à lumière polarisée (MOLP) et la microscopie électronique à balayage analytique (MEBA) conventionnelle, ne présentent pas une résolution spatiale suffisante pour observer et prendre en compte les fibres fines, et ne permettent pas non plus de distinguer formellement les fragments de clivage des fibres asbestiformes. Dans les matériaux, la META présente les mêmes limites qu'évoquées ci-dessus. La MOLP, actuellement

³ NF X 43-050 (janvier 1996) Qualité de l'air – détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission – Méthode indirecte

délaissée par un grand nombre de laboratoires au profit de la META, peut constituer un premier niveau d'analyse permettant d'identifier la présence ou non d'occurrences fibreuses suspectes. Elle peut permettre de distinguer les fragments de clivage des fibres asbestiformes par leur critère d'extinction, mais cette distinction reste limitée aux objets dont le diamètre est supérieur à 1 µm. La MEBA peut également être utilisée pour la recherche d'amiante dans les matériaux, mais présente les mêmes limites que celles mentionnées pour les échantillons d'air. Certains auteurs se sont intéressés à la prise en compte de critères supplémentaires, principalement dimensionnels, afin d'affiner l'analyse en META et écarter la majorité des fragments de clivage. En effet, les fragments de clivage ont généralement, à longueur égale, un diamètre plus élevé que les fibres asbestiformes et un rapport d'allongement inférieur. Ainsi, la probabilité que les objets analysés soient des fibres asbestiformes augmente avec le rapport d'allongement. Toutefois, il persistera toujours un recouvrement dimensionnel entre les deux populations d'objets. D'autres critères (maillage, netteté de la diffraction en bordure d'objet...), permettent d'affiner encore la discrimination mais sont difficilement applicables en routine et n'ont pas fait l'objet d'une évaluation de l'incertitude liée à leur mise en œuvre. D'autres méthodes d'analyse existent et permettent en les combinant d'affiner l'analyse, toutefois ces techniques sont difficilement utilisables en routine car elles nécessitent des compétences et des équipements particuliers et les temps d'analyse sont conséquents.

■ Conclusions du CES

Le CES souligne pour les espèces d'amphiboles prises en compte dans le cadre de cette expertise, en l'occurrence les variétés non asbestiformes des 5 amphiboles réglementaires (i.e. actinolite, anthophyllite, trémolite, grunérite, riébeckite) et l'ensemble des amphiboles calciques et calco-sodiques, que :

- Les études épidémiologiques ne permettent pas d'exclure un risque pour la santé lié à l'exposition aux fragments de clivage issus des variétés non asbestiformes des cinq amphiboles réglementaires ;
- Un lien entre l'exposition de populations à certaines amphiboles calciques ou calco-sodiques présentes sous forme de mélange de différents faciès, telles que la fluoro-édénite, la winchite ou la richtérite, et la survenue de cancers a été établi dans des évaluations récentes ;
- Il n'existe aucune donnée toxicologique scientifique validée permettant d'affirmer que les fragments de clivage répondant aux critères dimensionnels des fibres « OMS » ($L > 5 \mu\text{m}$; $D < 3 \mu\text{m}$ et $L/D > 3$) sont moins toxiques que leurs homologues asbestiformes.

Par ailleurs, le CES précise que :

- D'une façon générale pour les PMA, il existe un gradient de danger en fonction de la longueur et du diamètre⁴, sans seuil dimensionnel identifiable;
- Il existe des paramètres autres que les critères dimensionnels susceptibles de moduler la toxicité (biopersistance, contaminants, réactivité de surface, etc.) ;
- Dans le cas des mines de taconite où des excès de mésothéliomes sont observés, les travailleurs sont exposés à des mélanges complexes de particules, dont des PMA d'amphiboles et d'autres variétés minérales. Les données disponibles ne permettent pas d'identifier les effets propres à une espèce minérale en particulier. Ces études sont en cours jusqu'en 2017 ;
- Les méthodes d'analyse utilisées en routine ne permettent pas de différencier formellement les fragments de clivage des fibres asbestiformes.

⁴ Plus les PMA ont une longueur élevée et un diamètre faible et plus elles sont dangereuses.

In fine, le CES 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) ;
- 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, 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.

■ Recommandations du CES

- Concernant la terminologie employée, le CES recommande :
 - Que soient adoptées des définitions harmonisées pour la terminologie associée aux particules minérales, fondées sur des critères objectifs et acceptables pour les différentes disciplines s'intéressant aux particules minérales et pour les organismes réglementaires en France et en Europe. Des définitions faisant consensus au sein du CES ont été proposées dans le chapitre 2 du rapport.
 - Que le terme particules minérales allongées (PMA) soit employé pour décrire les particules minérales allongées ayant un rapport d'allongement supérieur à 3, sans prise en compte de leur caractère asbestiforme ou non asbestiforme. Le terme PMA inclut donc les fibres asbestiformes et les particules minérales non asbestiformes, dont les fragments de clivage, répondant à ces critères dimensionnels. Dans le cadre de cette expertise, les PMA d'intérêt sont celles susceptibles d'être inhalées ($D < 3 \mu\text{m}$).
- En termes d'évaluation et de prévention des risques professionnels, le CES recommande :
 - Que les PMA issues des 5 amphiboles réglementaires à faciès asbestiforme ne soient pas différenciées de leurs 5 homologues non asbestiformes.
 - Que les préconisations de la réglementation amiante s'appliquent aux PMA de longueur supérieure à $5 \mu\text{m}$ et de diamètre inférieur à $3 \mu\text{m}$ ($L > 5 \mu\text{m}$; $D < 3 \mu\text{m}$ et $L/D > 3$) suivantes :
 - Les 5 amphiboles asbestiformes réglementaires et leurs homologues non asbestiformes, c'est à dire aux espèces suivantes : actinolite et actinolite-amiante, anthophyllite et anthophyllite-amiante, trémolite et trémolite-amiante, grunérite et amosite, riébeckite et crocidolite ;

- La winchite, la richtérite, la fluoro-édénite compte tenu des effets sanitaires similaires à ceux de l'amiante mis en évidence pour ces espèces minérales ;
- L'ériionite qui est classée agent cancérigène pour l'Homme par le CIRC (groupe I).
- o Qu'en l'absence d'éléments permettant d'étayer une moindre toxicité des autres PMA de la famille des amphiboles calciques et calco-sodiques de longueur supérieure à 5 µm et de diamètre inférieur à 3 µm ($L > 5 \mu\text{m}$, $D < 3 \mu\text{m}$ et $L/D > 3$), soient mises en place *a minima* des dispositions permettant le suivi et la surveillance des sites, ainsi que la traçabilité et la réduction des expositions au niveau le plus bas possible des travailleurs à ces PMA. Néanmoins, le CES attire l'attention sur le fait qu'un dispositif de prévention plus sévère est justifié pour les PMA ayant un rapport d'allongement élevé du fait de l'existence d'un gradient de danger en fonction de la longueur et du diamètre, sans seuil dimensionnel identifiable. A titre d'exemple, un rapport d'allongement de 20 ($L/D > 20$) est retenu par l'EPA pour la distinction des particules asbestiformes et non asbestiformes.
- o Que la surveillance épidémiologique du mésothéliome, principal traceur des pathologies pleurales dues aux expositions à des PMA cancérigènes soit poursuivie.

Concernant la caractérisation des matériaux :

Le CES attire l'attention sur les pratiques de gestion mises en œuvre dans plusieurs pays (ex. Allemagne, USA, Canada) consistant à fixer un seuil, sous forme de pourcentage massique, pour déclarer un matériau « amiantifère ». Cependant, les relations entre la teneur en amiante d'un matériau et sa capacité à libérer des fibres d'amiante dans l'air, c'est-à-dire son émissivité, ne sont pas simples à établir. L'émissivité d'un matériau amiantifère dépend de plusieurs facteurs, certains relatifs à la typologie de ses occurrences, les autres à ses conditions d'utilisation et aux contraintes mécaniques qui lui sont appliquées. A ce titre, l'étude PIMAC actuellement menée par le Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM), en partenariat avec la DGPR et l'Union nationale des industries de carrières et matériaux de construction (UNICEM), apportera des précisions sur la capacité de certains matériaux contenant des amphiboles à libérer des particules minérales allongées susceptibles d'être inhalées, en simulant artificiellement les effets de frottement et d'usure subis par le matériau au cours des processus d'extraction, de traitement et d'érosion.

Cette approche visant à déterminer l'émissivité d'un matériau est par ailleurs également en cours d'étude par l'EPA.

Si un seuil devait être établi pour caractériser la teneur en PMA d'un matériau, le CES recommande qu'il s'agisse préférentiellement d'un seuil d'émissivité dans l'air. Dans l'attente de l'établissement de ce seuil, un seuil pragmatique sous forme de pourcentage massique dans les matériaux pourrait être proposé.

Le CES attire l'attention sur le fait que plus les PMA émises dans l'air ou présentes dans les matériaux ont un rapport d'allongement élevé, plus le seuil proposé (pourcentage massique ou seuil d'émissivité) devrait être bas.

Concernant la conduite de travaux susceptibles d'engendrer une exposition à des PMA d'amphiboles calciques et calco-sodiques (carrières, chantiers routiers,...) :

Le CES recommande, avant le démarrage des activités, que soient réalisées des cartographies des sites et des plans de repérage des PMA : réalisation de lames minces, études pétrographiques, caractérisation chimique des espèces présentes, en se référant au guide de l'INRS sur les travaux en terrains amiantifères (INRS, 2013).

Si la présence de PMA est avérée dans les matériaux, l'ensemble des recommandations précédentes doivent être appliquées.

En raison de l'incertitude sur l'émissivité, en cas d'identification de PMA, le CES insiste sur la nécessité de réaliser des mesures d'exposition aux PMA dans l'air.

Par ailleurs, le CES rappelle :

- Que d'autres professionnels du secteur des travaux publics en environnement naturel (ex. creusement de chaussées, de tunnels) ou mettant en œuvre des matériaux manufacturés à partir de matériaux naturels, peuvent être également exposés aux PMA ;
 - Que ces travailleurs, outre l'exposition aux PMA, peuvent être exposés à d'autres facteurs de risque particulière et/ou chimique cancérigène avérés parmi lesquels la silice cristalline ou les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP). Le CES souligne que la mise en œuvre de dispositifs de prévention de l'exposition aux PMA permet également de limiter l'exposition à la silice cristalline.
- Concernant le prélèvement et l'analyse des PMA d'amphiboles calciques et calco-sodiques dans les matériaux et l'air, le CES recommande :
 - Que les mesurages de PMA soient réalisés sans distinction de leur caractère asbestiforme ou non.
 - Qu'un protocole d'échantillonnage soit défini pour la collecte d'échantillons naturels dans une carrière ou dans un chantier de BTP dans le but d'en contrôler la teneur en PMA. Le protocole d'échantillonnage doit être élaboré avec des géologues, des métrologues et les maîtres d'ouvrage.
 - Que la META soit utilisée pour la caractérisation des PMA dans l'air.
 - Que la META soit utilisée pour compléter les analyses de matériaux et permettre d'observer les PMA fines.
 - Qu'une base de données des différentes espèces d'amphiboles potentiellement présentes en France soit établie, en spécifiant les intervalles de composition chimiques analysés en META. Ceci, réalisé avec les banques d'échantillons du BRGM, permettrait d'avoir des références plus complètes que les standards aujourd'hui commercialisés et qui ne présentent qu'une composition chimique moyenne par espèce d'amphibole.
 - Que ne soient considérées dans les matériaux naturels que les PMA ayant une longueur supérieure à 5 µm et un diamètre inférieur à 3 µm ($L > 5 \mu\text{m}$, $D < 3 \mu\text{m}$).
 - Que soit mentionnée dans les rapports d'analyse d'air et de matériaux la présence de PMA de longueur inférieure à 5 µm et de diamètre inférieur à 3 µm ($L \leq 5 \mu\text{m}$, $D < 3 \mu\text{m}$), pour permettre leur traçabilité.

Compte tenu de la particularité des échantillons naturels, dont l'analyse requiert des compétences spécifiques comparativement aux échantillons de produits manufacturés, le CES recommande :

- Que le Cofrac rédige un document d'exigences spécifiques pour l'accréditation des organismes réalisant les analyses de matériaux naturels.
- Que les méthodes de préparation et d'analyse des échantillons de matériaux naturels (prise d'essai, traitement de l'échantillon, nombre d'essais pour conclure) soient normalisées, ce qui permettra une harmonisation des limites de détection des laboratoires.
- Que les rendus des résultats entre les laboratoires soient harmonisés. Les limites de détection et de quantification doivent *a minima* être mentionnées dans le rapport d'essai du laboratoire.

- Que les laboratoires participent à des essais interlaboratoires pour l'analyse de matériaux naturels, afin d'évaluer et de maintenir leurs compétences, et mieux prendre en compte les incertitudes liées à l'identification chimique.
- Que les analyses soient validées, en cas de doute, par consensus établi entre plusieurs analystes du même laboratoire ou, si le laboratoire ne dispose que d'un seul analyste, entre celui-ci et un ou plusieurs référents compétents identifiés dans ce domaine.
- Que les analystes chargés de l'analyse des matériaux naturels bénéficient d'une formation spécifique, notamment en minéralogie et microscopie.

L'ensemble des recommandations de métrologie doit s'appliquer aux matériaux manufacturés à partir de matériaux naturels susceptibles de contenir des PMA.

- En matière de veille scientifique et de recherche, le CES recommande :
 - De conduire des études de toxicologie afin d'identifier de nouvelles caractéristiques responsables, le cas échéant, de la toxicité, en utilisant des échantillons de particules allongées, qu'il s'agisse de minéraux naturels ou de produits issus des nanotechnologies, rigoureusement caractérisés sur le plan de la longueur, du diamètre, de la composition, de la structure, de la biopersistance, etc. Des réseaux pluridisciplinaires sont à soutenir pour déterminer les relations entre les caractéristiques des particules et les effets biologiques, et modéliser la réponse biologique en fonction de sa nature et des caractéristiques des particules.
 - De suivre les résultats des études en cours, en particulier celles relatives à la taconite.
 - D'identifier les autres amphiboles et les autres espèces minérales susceptibles de générer des PMA et évaluer leur toxicité.
 - D'encourager la poursuite des recherches épidémiologiques permettant d'analyser les impacts sanitaires liés à l'exposition aux PMA, et en particulier la survenue de mésothéliome en dehors des expositions caractérisées à l'amiante.
 - De conduire des protocoles de mesures pour acquérir des connaissances et des données d'exposition sur les situations susceptibles d'émettre des PMA de longueur supérieure et inférieure à 5 µm.
 - De réaliser des bases de données permettant de mettre à disposition les informations acquises, tant dans le domaine de la composition chimique, de l'émissivité, de la métrologie et de l'exposition que dans celui des effets biologiques.

4. CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS DE L'AGENCE

L'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail endosse les conclusions et recommandations du CES « Evaluation des risques liés aux milieux aériens » présentées ci-dessus.

Marc Mortureux

MOTS-CLES

Fragments de clivage, « actinolite », amphiboles, « particules minérales allongées », fibres minérales, amiante, asbestiforme, non-asbestiforme

ANNEXE 1 : SUIVI DES ACTUALISATIONS DE L'AVIS

Date	Version	Page	Description de la modification
Octobre 2015	01		Première version signée de l'avis de l'Anses
Novembre 2015	02	1	<p>A l'issue des échanges avec la DGT qui se sont tenus au cours de la réunion de restitution du 9 novembre 2015, le contexte réglementaire ayant conduit à la découverte d'actinolite dans les granulats d'enrobés routiers a été précisé. Le paragraphe suivant a été ajouté : « <i>Dans le cadre des évolutions de la réglementation suite aux avis de l'Afsset de 2009 (Afsset 2009a et 2009b) et de l'Anses de 2010 (Anses, 2010), le décret du 4 mai 2012 relatif aux risques d'exposition à l'amiante a rappelé la portée de l'obligation d'évaluation préalable des risques incombant au donneur d'ordre, sur la base des articles L.4121-3 et L.4531-1 du Code du travail. S'agissant de l'amiante, cela se traduit par des repérages avant travaux, dont les résultats conduisent le donneur d'ordre à mettre ou non son opération sous réglementation amiante et permettent à l'entreprise de procéder à sa propre analyse de risques. Dans ce contexte réglementaire, la circulaire du 15 mai 2013 de la Direction Générale des Infrastructures, des Transports et de la Mer (DGITM) du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) porte instruction sur la gestion des risques sanitaires liés à l'amiante dans le cas de travaux sur les enrobés amiantés du réseau routier national non concédé. Cette instruction opérationnelle porte notamment sur la cartographie des zones amiantées, les modalités d'intervention, la gestion des déchets, l'information du personnel et s'applique au réseau routier national. De nombreuses analyses d'amiante ont en conséquence été réalisées sur différents chantiers routiers, dans l'objectif de rechercher de l'amiante chrysotile. En effet, le chrysotile a été utilisé volontairement dans les enrobés routiers dans les années 1975-1995 à hauteur de 1 % en masse pour ses propriétés de résistance. Ce faisant, la présence d'actinolite dans les granulats a été décelée lors de l'analyse des carottages effectués ».</i></p>

Effets sanitaires et identification des fragments de clivage d'amphiboles issus des matériaux de carrière

Saisine « n°2014-SA-0196 »

RAPPORT d'expertise collective

« Comité d'Experts Spécialisé Evaluation des risques liés aux milieux aériens »

« Groupe de travail Fragments de clivage »

Octobre 2015

Révisé en novembre 2015*

*Annule et remplace la version d'octobre 2015. Voir annexe 3.

Mots clés

Fragments de clivage, *actinolite*, amphiboles, *particules minérales allongées*, fibres minérales, amiante, asbestiforme, non-asbestiforme

Présentation des intervenants

PRÉAMBULE : Les experts externes, membres de comités d'experts spécialisés, de groupes de travail ou désignés rapporteurs sont tous nommés à titre personnel, *intuitu personae*, et ne représentent pas leur organisme d'appartenance.

GROUPE DE TRAVAIL

Présidente

Mme Marie-Annick BILLON-GALLAND – Expert indépendant – Métrologie des fibres.

Membres

M. Patrick BROCHARD – Professeur des universités, praticien hospitalier [Université Bordeaux II – Centre hospitalier universitaire de Bordeaux] – Médecine du travail, évaluation des risques sanitaires, agents polluants.

Mme Chantal DION – Chercheure, Prévention des risques chimiques et biologiques [Direction de la recherche et de l'expertise, Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST)] – Métrologie des fibres.

Mme Céline EYPERT-BLAISON – Responsable d'études [Institut National de Recherche et de Sécurité pour la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles (INRS)] – Métrologie des fibres.

Mme Marie-Claude JAURAND – Directrice de recherche émérite [Institut national de la santé et de la recherche médicale (Inserm)] – Toxicologie des particules minérales.

M. Didier LAHONDERE – Géologue [Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM)] – Identification et caractérisation des occurrences amiantifères dans l'environnement naturel.

Mme Danièle LUCE – Directrice de recherche [Institut national de la santé et de la recherche médicale (Inserm)] – Epidémiologie, santé travail.

M. Laurent MARTINON – Directeur [Laboratoire d'étude des particules inhalées de la Ville de Paris (LEPI)] – Métrologie des fibres.

M. Fabrice MICHIELS – Médecin du travail [Association interentreprises pour la santé au travail en Corrèze (AIST19)] – Médecine du travail, toxicologie.

COMITÉ D'EXPERTS SPÉCIALISÉ

Les travaux, objets du présent rapport ont été suivis et adoptés par le CES suivant :

- CES Evaluation des risques liés aux milieux aériens – 3 février 2015, 23 avril 2015, 9 juillet 2015, 3 septembre 2015 et 15 octobre 2015.

Président

M. Christophe PARIS – Professeur des universités, praticien hospitalier (Université de Lorraine EA7298 INGRES, – Centre hospitalier universitaire de Nancy). Spécialités : épidémiologie des risques professionnels, pathologies professionnelles.

Vice-présidente

Mme Séverine KIRCHNER – Directrice adjointe de la Direction santé confort (Centre scientifique et technique du bâtiment), coordinatrice de l'Observatoire de la qualité de l'air intérieur – Spécialités : chimie et pollution de l'atmosphère, air intérieur, expologie.

Membres

M. Gille AYZOZ – Chef de service qualité de l'air (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie) - Spécialités : physico-chimie de l'atmosphère, rejets atmosphériques.

Mme Armelle BAEZA – Professeur des universités (Université Paris Diderot) – Spécialité : toxicologie.

M. Claude BEAUBESTRE – Chef de département (Laboratoire d'hygiène de la ville de Paris) - Spécialités : pollution de l'air intérieur, microbiologie.

M. Olivier BLANCHARD – Enseignant chercheur (Ecole des hautes études en santé publique) – Spécialités : évaluation des risques sanitaires, pollution atmosphérique, qualité de l'air intérieur.

Mme Nathalie BONVALLOT – Enseignant chercheur (Ecole des hautes études en santé publique) – Spécialités : toxicologie, évaluation des risques sanitaires.

M. Patrick BROCHARD – Professeur des universités, praticien hospitalier (Université Bordeaux II – Centre hospitalier universitaire de Bordeaux) – Spécialités : médecine du travail, évaluation des risques sanitaires, agents polluants.

M. Denis CHARPIN – Professeur des universités, praticien hospitalier (Aix Marseille Université) – Spécialités : médecine, agents polluants et allergènes, épidémiologie des risques liés à l'environnement.

M. Jean-Dominique DEWITTE - Professeur des universités, praticien hospitalier (Université de Brest) – Spécialités : Santé travail, pneumologie.

Mme Emilie FREALLE – Praticien hospitalier (Centre hospitalier régional universitaire de Lille) – Spécialités : Ecologie microbienne de l'air, microbiologie analytique, évaluation et prévention du risque microbiologique, surveillance de l'environnement intérieur.

M. Philippe GLORENNEC – Enseignant chercheur (Ecole des hautes études en santé publique – Institut de recherche sur la santé, l'environnement et le travail, UMR Inserm 1085) – Spécialités : expologie, évaluation des risques sanitaires.

Mme Muriel ISMERT – Responsable unité impact sanitaire et exposition (Institut national de l'environnement industriel et des risques) – Spécialités : écotoxicologie, évaluation des risques sanitaires, qualité de l'air intérieur (Démission le 26 novembre 2014).

M. Eddy LANGLOIS – Ingénieur, responsable de laboratoire (Institut national de recherche et de sécurité) – Spécialités : métrologie des polluants, air des lieux de travail (santé travail), surveillance et méthodes d'analyse.

Mme Danièle LUCE – Directrice de recherche (Institut national de la santé et de la recherche médicale) – Spécialités : Epidémiologie, santé travail.

Mme Christelle MONTEIL – Enseignant-chercheur (Université de Rouen) – Spécialités : toxicologie.

Mme Anne OPPLIGER – Chef de projets (Institut universitaire romand de santé au travail) – Spécialités : Santé travail, bioaérosols.

M. Loïc PAILLAT – Ingénieur, responsable technique (Laboratoire central de la préfecture de police) – Spécialités : métrologie des polluants, air intérieur, air ambiant et air des lieux de travail.

Mme Mathilde PASCAL – Chargée de projets (Institut de veille sanitaire) – Spécialités : épidémiologie, santé environnement, air et climat.

M. Emmanuel RIVIERE – Directeur adjoint (Association pour la surveillance et l'étude de la pollution atmosphérique en Alsace) – Spécialités : Méthode d'analyse et de surveillance, modélisation des émissions, évaluation de l'exposition.

Mme Sandrine ROUSSEL – Ingénieur hospitalier (Centre hospitalier régional universitaire de Besançon) – Spécialités : microbiologie, pathologies respiratoires et allergiques, microorganisme de l'environnement.

M. Rémy SLAMA – Directeur de recherche (Institut national de la santé et de la recherche médicale) – Epidémiologie environnementale, reproduction et fertilité, santé des enfants, milieux aériens et environnement, perturbateurs endocriniens

PARTICIPATION ANSES

Coordination scientifique

Mme Emmanuelle DURAND – Chargée de projets scientifiques, Unité d'évaluation des risques liés à l'air – Anses

Mme Amandine PAILLAT – Chef de projets scientifiques, Unité d'évaluation des risques liés à l'air – Anses

M. Guillaume BOULANGER – Adjoint au chef de l'Unité d'évaluation des risques liés à l'air – Anses

Contribution scientifique

Mme Emmanuelle DURAND – Chargée de projets scientifiques, Unité d'évaluation des risques liés à l'air – Anses

Mme Amandine PAILLAT – Chef de projets scientifiques, Unité d'évaluation des risques liés à l'air – Anses

M. Guillaume BOULANGER – Adjoint au chef de l'Unité d'évaluation des risques liés à l'air – Anses

Mme Dominique BRUNET – Chef du pôle Usages, substitution, exposition, Unité d'évaluation des substances chimiques – Anses

Mme Salma ELREEDY – Adjointe au chef de la Direction des affaires européennes et internationales – Anses

Secrétariat administratif

Mme Sophia SADDOKI – Anses

AUDITION DE PERSONNALITÉS EXTÉRIEURES

M. Maxime MISSERI – Docteur en minéralogie, expert en identification des fibres minérales (AdLab) (audition le 26 mars 2015)

M. Jean-Luc Boulmier – Docteur d'État ès Sciences Physiques, retraité, ex Adjoint au chef de service Métrologie, Monitoring, Analyse du BRGM (audition le 26 mars 2015)

Membres de la Fédération nationale des travaux Publics (FNTP) et de l'Union des syndicats de l'industrie routière française (USIRF) (audition le 31 mars 2015)

M. Jacques TAVERNIER, vice-président de la FNTP, Président de l'USIRF

M. Jean-Baptiste de PREMARE, délégué général de l'USIRF

M. Michel DUCASSE - Eurovia

M. Henri MOLLERON - Colas

M. Alain Le BIAINVAUX - Sade-Cgth

Membres de l'Union nationale des industries minières et des carrières (UNICEM) (audition le 31 mars 2015)

M. Igor BILLIMOFF - Délégué général

Mme Sophie DECREUSE - Ingénieur géologue

Membres du syndicat des Carrières Indépendantes du Grand Ouest (CIGO) (audition le 31 mars 2015)

M. Philippe CUNIN - Ingénieur géologue

M. Christian LECLOUX – Exploitant de carrières

Mr Allan MOUNAVARALLY – Chef de service amiante au LABOCEA (audition téléphonique le 22 mai 2015)

CONTRIBUTIONS EXTÉRIEURES AU(X) COLLECTIF(S)

Rapport d'étude réalisé dans le cadre des opérations de service public du BRGM : « Exposition aux fibres asbestiformes dans les industries extractives : expertise de 50 sites potentiellement concernés », BRGM, 2014.

Extraction des données du Programme national de surveillance du mésothéliome (PNSM), InVS, 2015.

Exercice d'intercomparaison pour l'identification de fibres d'amiante actinolite, LEPI, 2015.

SOMMAIRE

Présentation des intervenants.....	3
Sigles et abréviations	11
Liste des tableaux	13
Liste des figures	14
1 Contexte, objet et modalités de traitement de la saisine.....	15
1.1 Contexte.....	15
1.2 Objet de la saisine.....	16
1.3 Modalités de traitement : moyens mis en œuvre et organisation.....	16
1.4 Prévention des risques de conflits d'intérêts.	17
2 Définitions et terminologie	18
3 Secteurs d'activité concernés par la problématique des fragments de clivage	23
3.1 Les carrières et industries utilisatrices	23
3.1.1 Présence potentielle de fibres d'actinolite et de fragments de clivage dans les carrières – étude du BRGM	23
3.1.2 Production et utilisation, importation des granulats extraits des carrières	24
3.2 Secteurs des travaux routiers	24
3.3 Autres secteurs potentiellement concernés en France.....	25
4 Périmètre de l'expertise	26
5 Réglementation	27
5.1 Généralités.....	27
5.2 Cas des travaux routiers.....	28
5.3 Cas des mines et carrières	29
5.4 Cas des déchets.....	29
5.5 Cas des industries extractives	31
5.6 Seuils pour déclarer un matériau amiantifère	32
6 Exposition professionnelle aux fragments de clivage	33
6.1 Mesures d'empoussièrement dans les carrières et les chantiers routiers en France..	33
6.2 Autres données	33
7 Échantillonnage des matériaux et échantillonnage atmosphérique	35

7.1 Stratégie d'échantillonnage des matériaux (hors Matériaux et Produits Contenant de l'Amiante (MPCA) du bâtiment)	35
7.1.1 Généralités sur la stratégie d'échantillonnage des matériaux naturels	35
7.1.2 Cas des carrières	37
7.1.3 Cas des routes	38
7.2 Stratégie d'échantillonnage atmosphérique	39
8 Etude de l'émissivité des matériaux en particules minérales	40
8.1 Programme expérimental PIMAC	40
8.2 Autres études	40
9 Préparation et analyse des échantillons de matériaux et d'air	42
9.1 Préparation des échantillons de matériaux pour analyse	42
9.1.1 Prise d'essai.....	42
9.1.1.1 Prise d'essai des granulats.....	42
9.1.1.2 Cas des chantiers routiers.....	43
9.1.2 Préparation des échantillons massifs pour analyse des fibres.....	43
9.2 Méthodes d'analyse des échantillons de matériaux et d'air utilisées en routine	44
9.2.1 Microscopie Optique à Contraste de Phase (MOCP)	44
9.2.2 Microscopie Optique à Lumière Polarisée (MOLP)	44
9.2.3 Microscopie électronique à balayage analytique (MEBA)	45
9.2.4 Microscopie électronique à transmission analytique (META).....	46
9.2.5 Microsonde électronique.....	49
9.3 Exercice d'intercomparaison pour l'identification de fibres d'amiante actinolite	49
9.4 Techniques complémentaires	50
9.5 Synthèse de la revue de la littérature sur d'autres critères à prendre en compte pour l'analyse discriminatoire des fragments de clivage	54
9.5.1 Méthodologie	54
9.5.2 Critères dimensionnels	55
9.5.2.1 Diamètre et rapport d'allongement	55
9.5.2.2 Longueur.....	57
9.5.2.3 Indice de fibrosité	57
9.5.3 Autres critères morphologiques	59
9.5.4 Composition chimique.....	60
9.5.5 Approches discriminantes/séquentielles.....	60
9.5.5.1 Comptage différentiel	60
9.5.5.2 Approche discriminante.....	61
9.6 Conclusions sur la métrologie	63
10 Effets sanitaires liés aux fragments de clivage	65
10.1 Rappels sur les effets sanitaires liés à l'amiante	65
10.2 Données épidémiologiques	65
10.2.1 Méthode.....	65
10.2.2 Etudes relatives aux mines d'or d'Homestake	66
10.2.2.1 Données géologiques et minéralogiques	66
10.2.2.2 Données d'exposition professionnelle	66
10.2.2.3 Etudes de cohorte rétrospectives - Mortalité	66
10.2.2.4 Synthèse et conclusions sur les études relatives aux mines d'or d'Homestake	68

10.2.3	Etudes relatives aux mines de taconite aux USA	68
10.2.3.1	Données géologiques et minéralogiques	68
10.2.3.2	Données d'exposition professionnelle	68
10.2.3.3	Études épidémiologiques	70
10.2.3.4	Synthèse et conclusions sur les études relatives aux mines de taconite	75
10.2.4	Etudes relatives aux amphiboles des mines de vermiculite aux USA	77
10.2.4.1	Données géologiques et minéralogiques	77
10.2.4.2	Cohorte des travailleurs des mines et moulins de vermiculite de la ville de Libby (Montana, USA)	78
10.2.4.3	Cohorte des travailleurs d'industrie utilisatrice de vermiculite extraite de Libby à Marysville (Ohio, USA)	86
10.2.4.4	Cohorte des habitants de la ville de Libby (Montana, USA)	88
10.2.4.5	Synthèse et conclusions sur les études relatives aux mines de vermiculite	89
10.2.5	Etudes relatives à la fluoro-édénite	89
10.2.5.1	Données géologiques et minéralogiques	90
10.2.5.2	Concentrations en fluoro-édénite dans l'air et dans le sol	90
10.2.5.3	Effets sanitaires liés à l'exposition à la fluoro-édénite	91
10.2.5.4	Synthèse et conclusions sur les études relatives à la fluoro-édénite.....	93
10.2.6	Etudes relatives au talc	93
10.2.7	Autres études	94
10.3	Données toxicologiques	95
10.3.1	Méthodologie	95
10.3.2	Synthèse des données disponibles.....	96
10.3.2.1	Revue de la littérature sur la toxicité des fragments de clivages	96
10.3.2.2	Etudes <i>in vivo</i> et <i>in vitro</i> sur les fragments de clivage	98
10.3.2.3	Etudes <i>in vivo</i> et <i>in vitro</i> relatives aux amphiboles de Libby.....	105
10.3.2.4	Etudes relatives à la fluoro-édénite	116
10.4	Pathologies et maladies professionnelles : Programme national de surveillance du mésothéliome	116
10.5	Conclusion sur les effets sanitaires	116
11	Conclusions du groupe de travail	118
12	Recommandations	123
13	Bibliographie.....	127
13.1	Publications.....	127
13.2	Normes et méthodes d'analyse.....	138
13.3	Législation et réglementation.....	139
Annexe 1	: Lettre de saisine	143
Annexe 2	: Présentation des positions divergentes	146
Annexe 3	: Suivi des actualisations du rapport.....	147
Annexe 4	: Consultation internationale : questionnaire et retours des organismes sollicités.....	148
Annexe 5	: Représentation des types de fibres d'amiante selon leurs caractéristiques dimensionnelles (d'après Afsset, 2009a).....	168

Annexe 6 : Représentation des différentes morphologies asbestiformes et non asbestiformes (d'après Campbell <i>et al.</i> 1977).....	169
Annexe 7 : Diagramme des limites de composition des amphiboles calcosodiques (d'après Hawthorne <i>et al.</i> 2012).....	170
Annexe 8 : Diagramme de limites de composition des amphiboles sodiques (d'après Hawthorne <i>et al.</i> 2012)	171
Annexe 9 : Grille de lecture des études toxicologiques (<i>in vivo</i> et <i>in vitro</i>) relatives aux amphiboles de la saisine	172
Annexe 10 : Projet de logigramme concernant les modalités de surveillance et de métrologie de l'amiante lors de travaux souterrains (BRGM, CARSAT Rhône-Alpes, INRS)	195

Sigles et abréviations

ADR : Accord européen relatif au transport international des marchandises Dangereuses par Route

AFNOR : Association française de normalisation

AFSSET : Agence française de sécurité sanitaire de l'environnement et du travail

AHERA: Asbestos Hazard Emergency Response Act (Réponse en urgence aux dangers de l'amiante)

ANSES : Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail

ARPA : Agenzie regionali per la protezione ambientale (Agence régionale pour la protection de l'environnement en Italie)

ASTM: American Society for Testing and Materials (Société américaine pour les essais et les matériaux, USA)

ATSDR: Agency for Toxic Substances and Disease Registry (Agence pour le Registre des Substances Toxiques et des Maladies, USA)

BRGM : Bureau de Recherches Géologiques et Minières

BTP : Bâtiment et Travaux Publics

CAL EPA : California Environmental Protection Agency (Agence californienne de protection de l'environnement)

CARSAT : Caisse d'assurance retraite et de la santé au travail

CAS: Chemical abstract service

CEAEQ : Centre d'Expertise en Analyse Environnementale au Québec

CES : Comité d'Experts Spécialisé

CIGO : syndicat des Carrières Indépendantes du Grand Ouest

CIM : Classification internationale des maladies

CIRC : Centre international de recherche sur le cancer (IARC en anglais)

CNAMTS : Caisse nationale de l'assurance maladie des travailleurs salariés

COFRAC : Comité français d'accréditation

CRD : Convention de Recherche et Développement

CVF : Capacité Vitale Forcée (FEV en anglais)

DGITM : Direction Générale des Infrastructures, des Transports et de la Mer

DGPR : Direction Générale de la Prévention des Risques

DGS : Direction Générale de la Santé

DGT : Direction Générale du Travail

EBSD : Electron Backscatter Diffraction (Diffraction d'électrons rétrodiffusés)

EDS ou EDX: Energy dispersive X-ray spectrometry (Analyse dispersive en énergie)

EPI : Equipements de Protection Individuelle

FBAS: Fluidized Bed Asbestos Segregator (Séparateur à lit fluidisé)

FCA : Fibre Courte d'Amiante

FESEM: Field emission scanning electron microscopy (Microscopie électronique à balayage à effet de champ)

FFA : Fibre Fine d'Amiante

FIOH: Finnish Institute of Occupational Health (Institut finlandais de la santé au travail)

FNTF : Fédération Nationale des Travaux Publics
GEH : Groupe d'Exposition Homogène
GNMST-BTP : Groupement National Multidisciplinaire de Santé au Travail dans le BTP
GT : Groupe de Travail
HSE: Health and Safety Executive (Bureau de santé et de sécurité, Royaume-Uni)
IC : Intervalle de Confiance
ILO : International labor organization (Organisation internationale du travail)
IMA: International Mineralogical Association (Association internationale de minéralogie)
IMC : Indice de Masse Corporelle
INAIL: Istituto nazionale per l'assicurazione contro gli infortuni sul lavoro (Institut national d'assurance contre les accidents du travail, Italie)
INERIS : Institut national de l'environnement industriel et des risques
INRS : Institut National de Recherche et de Sécurité pour la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles
INSERM : Institut national de la santé et de la recherche médicale
INSPQ : Institut National de Santé Publique du Québec
InVS : Institut de Veille Sanitaire
IR : Indice de Réfraction
IRSST : Institut de Recherche Robert-Sauvé en Santé et en sécurité du Travail
LA: Libby Amphiboles (Amphiboles des mines de vermiculite à Libby, USA)
LEM : Laboratoire d'essai des matériaux
LEPI : Laboratoire d'étude des particules inhalées de la ville de Paris
MEBT : Microscope Electronique à Balayage par Transmission (STEM en anglais)
MEDDE : Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie
META : Microscopie électronique à transmission analytique
MEBA : Microscopie électronique à balayage analytique
MOCP : Microscopie Optique à Contraste de Phase
MOLP : Microscopie Optique à Lumière Polarisée
MOUDI: Micro-Office Uniform-Deposit Impactor (Impacteur en cascade)
MPC : Moyens de Protection Collective
MPCA : Matériaux et Produits Contenant de l'Amiante
MSHA: Mine Safety and Health Administration (Organisme de la santé et la sécurité minières, USA)
NIEHS : National Institute of Environmental Health Sciences (Institut National des Sciences de l'Environnement et de la Santé, USA)
NIOSH: National institute for occupational safety and health (Institut national pour la sécurité et la santé au travail, USA)
NIST: National Institute of Standards and Technology (Institut national des normes et de la technologie, USA)
OMS : Organisation Mondiale de la Santé
OPP-BTP : Organisme Professionnel de Prévention du Bâtiment et des Travaux Publics
OR: Odd Ratio

OSHA: Occupational safety and health administration (Administration pour la santé et la sécurité au travail, USA)

PEL: Permissible Exposure Level (Limite d'exposition admissible)

PMA : Particule Minérale Allongée

PNSM : Programme National de Surveillance du Mésothéliome

REACH: Registration, evaluation, authorization and restriction of chemicals (Enregistrement, évaluation, autorisation et restriction des produits chimiques)

RGIE : Règlement Général des Industries Extractives

SAED: Selected Area Electron Diffraction (Diffraction des électrons en aire sélectionnée)

SIR: Standardized incidence ratio (Ratio standardisé d'incidence)

SMR: Standardized Mortality Ratio (Ratio standardisé de mortalité)

STEM : Scanning Transmission Electron Microscopy (MEBT en français)

SWA: Safe Work Australia (Agence australienne pour la sécurité au travail)

UICC : Union Internationale Contre le Cancer

UNICEM : Union nationale des industries des carrières et matériaux de construction

USIRF : Union des syndicats de l'industrie routière française

US EPA : United-States Environmental Protection Agency (Agence de protection de l'environnement, USA)

USGS: United-States Geological Survey (Institut d'études géologiques, USA)

VEMS : Volume Expiratoire Maximum Seconde (FEV1 en anglais)

VLEP : Valeur Limite d'Exposition Professionnelle

Liste des tableaux

Tableau 1 : Minéraux amiantes et leurs homologues non amiantes : composition chimique et numéro CAS 19	
Tableau 2 : Liste des séries d'amphiboles calciques et calco-sodiques, selon la classification de Nickel Strunz, retenue par l'International Mineralogical Association (IMA), modifiée selon Hawthorne <i>et al.</i> (2012)	26
Tableau 3 : Conditions de stockage des déchets d'amiante	31
Tableau 4 : Avantages et inconvénients des différentes stratégies d'échantillonnage (d'après InVS, 2008)	36
Tableau 5 : Conséquences de l'hétérogénéité et de la granulométrie sur l'approche de l'échantillonnage (d'après CEAEQ, 2008)	37
Tableau 6 : Prise d'essai d'échantillons de granulats (d'après norme NF EN 932-1 et norme XP P 18-553)	42
Tableau 7 : Tableau récapitulatif des méthodes d'analyse de routine	48
Tableau 8 : Synthèse des expositions aux PMA dans les études relatives aux mines de taconite (d'après University of Minnesota School of Public Health, 2014)	70
Tableau 9 : Synthèse des résultats des études épidémiologiques relatives aux mines de taconite (d'après University of Minnesota School of Public Health, 2014)	71
Tableau 10 : Distribution des amphiboles de Libby en fonction de leurs dimensions (d'après Price, 2008a et US EPA, 2014) ^a	80
Tableau 11 : Distribution des amphiboles de Libby en fonction de leurs dimensions et de leurs morphologies (d'après Lee <i>et al.</i> 2009)	82
Tableau 12 : Synthèse des résultats des études de mortalité chez les travailleurs des mines et moulins de Libby (d'après US EPA, 2014)	84
Tableau 13 : Nombre de mésothéliomes observés et attendus dans la population de Biancavilla et SIR pour la période 1998-2011 (âge moyen au diagnostic) (d'après Bruni <i>et al.</i> 2014)	92

Tableau 14 : Nombre de mésothéliomes observés et attendus dans la population de Biancavilla et SIR en fonction de l'âge pour la période 1998-2011 (d'après Bruni <i>et al.</i> 2014)	93
Tableau 15 : Caractéristiques des échantillons de trémolite injectés par voie intrapéritonéale chez le rat et fréquence de mésothéliomes (d'après Davis <i>et al.</i> 1991)	100
Tableau 16 : Nombre de fibres par mg contenues dans les échantillons testés dans l'étude de Davis <i>et al.</i> 1991 (D'après Davis <i>et al.</i> 1991)	103
Tableau 17 : Ajustement des résultats de l'étude de Davis <i>et al.</i> 1991 sur les dimensions des "fibres" injectées chez le rat (d'après Davis <i>et al.</i> 1991)	104
Tableau 18 : Caractéristiques dimensionnelles des particules inhalables testées dans l'étude de Kodavanti <i>et al.</i> 2014 (d'après Kodavanti <i>et al.</i> 2014)	114
Tableau 19 : Synthèse des résultats de l'étude de Kodavanti <i>et al.</i> 2014 (d'après Kodavanti <i>et al.</i> 2014)	115

Liste des figures

Figure 1 : Distribution des particules minérales en fonction de leur diamètre et de leur rapport d'allongement. Délimitation de la zone asbestiforme selon Chatfield (2008)	58
Figure 2 : Approche discriminatoire pour l'analyse de l'amiante (d'après Van Orden <i>et al.</i> 2008)	63
Figure 3 : Images au MEBA des échantillons des amphiboles de Libby (d'après Meeker <i>et al.</i> 2003 et US EPA, 2014)	78
Figure 4 : Images en FESEM des amphiboles de Libby contenues dans les échantillons d'air (d'après Lee <i>et al.</i> 2009)	81
Figure 5 : Morphologies de fluoro-édénite observées en microscopie (d'après Gianfagna <i>et al.</i> 2003)	90
Figure 6 : Images en microscopie électronique à balayage des échantillons de trémolite testés dans l'étude de Davis <i>et al.</i> 1991 (d'après Davis <i>et al.</i> 1991)	101
Figure 7 : Représentation graphique des résultats de l'étude de Davis <i>et al.</i> 1991 (d'après Davis <i>et al.</i> 1991)	104
Figure 8 : Caractéristiques dimensionnelles des fibres dans les échantillons utilisés par Peitruska <i>et al.</i> (2010), Blake <i>et al.</i> (2007), et Smartt <i>et al.</i> (2010)(d'après Peitruska <i>et al.</i> (2010), Blake <i>et al.</i> (2007), et Smartt <i>et al.</i> (2010))	106
Figure 9 : Caractéristiques dimensionnelles des fibres dans les échantillons utilisés par Duncan <i>et al.</i> (2010) (d'après Duncan <i>et al.</i> 2010)	107
Figure 10 : Caractéristiques dimensionnelles des fibres dans les échantillons utilisés par Duncan <i>et al.</i> (2010 et 2014) (d'après Duncan <i>et al.</i> 2010 et 2014).	108
Figure 11 : Caractéristiques dimensionnelles de la fraction « respirable » des fibres dans les échantillons de Libby utilisés par Duncan <i>et al.</i> (2010) (d'après Duncan <i>et al.</i> 2010).	109
Figure 12 : Caractéristiques dimensionnelles des fibres dans les échantillons utilisés par Cyphert <i>et al.</i> (2015) (d'après Cyphert <i>et al.</i> 2015)	111
Figure 13 : Images en MEBA des échantillons testés dans l'étude de Cyphert <i>et al.</i> (2012b) (A : LA, B : Ferroactionlite, C : Chrysotile, D : Trémolite) (d'après Cyphert <i>et al.</i> 2012b)	112
Figure 14 : Dimensions moyennes et médianes des échantillons dans l'étude de Cyphert <i>et al.</i> (2012b) (d'après Cyphert <i>et al.</i> 2012b)	113

1 Contexte, objet et modalités de traitement de la saisine

1.1 Contexte

L'Anses a été saisie, en date du 28 août 2014, par la Direction Générale du Travail (DGT), la Direction Générale de la Prévention des Risques (DGPR) et la Direction Générale de la Santé (DGS) suite à des signalements par des services déconcentrés de l'Etat sur la présence possible de fibres d'amiante actinolite dans les granulats d'enrobés routiers, ainsi que de « fragments de clivage ». Dans le cadre des évolutions de la réglementation suite aux avis de l'Afsset de 2009 (Afsset 2009a et 2009b) et de l'Anses de 2010 (Anses, 2010), le décret du 4 mai 2012 relatif aux risques d'exposition à l'amiante a rappelé la portée de l'obligation d'évaluation préalable des risques incombant au donneur d'ordre, sur la base des articles L.4121-3 et L.4531-1 du Code du travail. S'agissant de l'amiante, cela se traduit par des repérages avant travaux, dont les résultats conduisent le donneur d'ordre à mettre ou non son opération sous réglementation amiante et permettent à l'entreprise de procéder à sa propre analyse de risques. Dans ce contexte réglementaire, la circulaire du 15 mai 2013 de la Direction Générale des Infrastructures, des Transports et de la Mer (DGITM) du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) porte instruction sur la gestion des risques sanitaires liés à l'amiante dans le cas de travaux sur les enrobés amiantés du réseau routier national non concédé. Cette instruction opérationnelle porte notamment sur la cartographie des zones amiantées, les modalités d'intervention, la gestion des déchets, l'information du personnel et s'applique au réseau routier national. De nombreuses analyses d'amiante ont en conséquence été réalisées sur différents chantiers routiers, dans l'objectif de rechercher de l'amiante chrysotile. En effet, le chrysotile a été utilisé volontairement dans les enrobés routiers dans les années 1975-1995 à hauteur de 1 % en masse pour ses propriétés de résistance. Ce faisant, la présence d'actinolite dans les granulats a été décelée lors de l'analyse des carottages effectués. Contrairement au chrysotile, l'actinolite identifiée dans les granulats n'a pas été ajoutée intentionnellement, mais est naturellement présente dans les roches extraites des carrières ces dernières décennies pour la fabrication d'enrobés routiers.

Dans la réglementation européenne, le terme amiante fait référence à 6 minéraux présents naturellement dans plusieurs types de roche : une serpentine, le chrysotile, et cinq amphiboles, l'actinolite-amiante, l'anthophyllite-amiante, la trémolite-amiante, l'amosite et la crocidolite. Ces minéraux ont été exploités commercialement pour leurs propriétés physiques et chimiques, telles que leur faible conductivité électrique et thermique, leur bonne stabilité chimique, leur durabilité, leur haute résistance à la traction, leur flexibilité, etc.

Dans l'environnement naturel, l'actinolite (et les autres amphiboles) peut se présenter sous différentes morphologies, asbestiformes ou non asbestiformes. Seules les morphologies asbestiformes des cinq amphiboles précitées et le chrysotile font l'objet d'une réglementation. Toutefois, lorsqu'une contrainte mécanique est appliquée sur les roches contenant de l'actinolite ou une amphibole non asbestiforme homologue des amphiboles réglementées, ces minéraux sont susceptibles de se cliver pour donner des particules plus ou moins allongées appelées « fragments de clivage » qui peuvent parfois être comptabilisés, du fait notamment de leurs caractéristiques dimensionnelles, comme des fibres d'amiante.

Si les effets sanitaires induits par les formes asbestiformes des cinq amphiboles réglementaires sont bien documentés, il existe actuellement des incertitudes sur la toxicité induite par les fragments de clivage. De plus, les méthodes analytiques actuelles ne permettent pas de différencier de façon simple les fragments de clivage des fibres asbestiformes, quelle que soit la nature de l'échantillon.

1.2 Objet de la saisine

Dans ce contexte, les demandes formulées dans la saisine étaient les suivantes :

1/ Faire une revue des données toxicologiques et épidémiologiques relatives aux fragments de clivage des minéraux à faciès non asbestiforme suivants : actinolite, trémolite, anthophyllite, riébeckite et grunérite. Quelles sont les conclusions quant à leur effet sur la santé ?

2/ Quel est l'état des lieux des données disponibles concernant les expositions spécifiques aux fragments de clivage issus des minéraux cités précédemment ?

3/ Existe-t-il des méthodes d'analyse de routine, c'est-à-dire pouvant être mises en œuvre par des organismes accrédités par le Cofrac¹, permettant de distinguer les fibres d'actinolite-amiante, d'anthophyllite-amiante, de trémolite-amiante, d'amosite, et de crocidolite d'une part, des fragments de clivage issus des amphiboles (non asbestiformes) d'actinolite, d'anthophyllite, de trémolite, de grunérite, et de riébeckite d'autre part ?

Dans la négative, quelles sont les techniques complémentaires qui permettraient de faire cette distinction ? En particulier, des critères supplémentaires autres que les critères morphologiques aujourd'hui utilisés (longueur (L), diamètre (D) et rapport d'allongement (L/D)) ont-ils été étudiés ?

En conclusion de l'expertise, des recommandations concernant la protection et la prévention des risques pour la santé des personnes exposées à ces fragments de clivage pourront éventuellement être proposées.

Suite aux échanges préliminaires entre l'Anses, la DGT, la DGS et la DGPR, il a été convenu que la question 2 porterait sur les expositions professionnelles uniquement, et que la question 3 porterait sur le prélèvement et l'analyse des fibres dans les matériaux et dans l'air. Le contrat d'expertise a été signé le 30 septembre 2014 entre l'Anses et les trois directions ministérielles.

1.3 Modalités de traitement : moyens mis en œuvre et organisation

L'Anses a confié au groupe de travail (GT) « Fragments de clivage », rattaché au comité d'experts spécialisé (CES) « Evaluation des risques liés aux milieux aériens » l'instruction de cette saisine. La durée de l'expertise était fixée à 6 mois à compter de la 1^{ère} réunion du GT (26 janvier 2014).

La réalisation de ces travaux s'est appuyée sur une synthèse et une analyse critique des données publiées dans la littérature (articles scientifiques, rapports institutionnels, normes d'analyse), et sur les précédents travaux de l'Anses relatifs aux fibres minérales :

- Rapport d'expertise collective relatif aux « fibres courtes et fibres fines d'amiante. Prise en compte du critère dimensionnel pour la caractérisation des risques sanitaires liés à l'inhalation d'amiante. Réévaluation des données toxicologiques, métrologiques et épidémiologiques dans l'optique d'une évaluation des risques sanitaires en population générale et professionnelle » (Afsset, 2009a) ;
- Rapport d'étude relatif aux « affleurements naturels d'amiante » (Anses, 2010) ;
- Rapport d'expertise collective relatif à l' « évaluation des risques relatifs au talc seul et au talc contaminé par des fibres asbestiformes et non asbestiformes » (Anses, 2012) ;
- Rapport d'expertise collective relatif à l' « évaluation de la toxicité de l'antigorite » (Anses, 2014).

La collecte des informations nécessaires à la réalisation de cette expertise s'est également appuyée sur les auditions de représentants :

- De la Fédération Nationale des Travaux Publics (FNTP) ;

¹ Comité français d'accréditation.

- De l'Union des syndicats de l'industrie routière française (USIRF) ;
- De l'Union nationale des industries de carrières et matériaux de construction (UNICEM) ;
- Du syndicat des Carrières Indépendantes du Grand Ouest (CIGO).

Le GT a également auditionné des experts et des personnalités extérieures susceptibles d'apporter des informations et des données complémentaires relatives, notamment, aux techniques d'analyse des fibres dans les matériaux et dans l'air. Les éléments pertinents transmis lors de ces auditions ont été intégrés dans les chapitres *ad hoc* du rapport.

Une consultation internationale des agences ou autorités nationales dans les domaines de la sécurité sanitaire et/ou du travail (Europe, Amérique du Nord, Australie, Afrique du Sud) a été conduite pour connaître les pratiques mises en œuvre à l'étranger sur l'analyse des fragments de clivage et la réglementation applicable, et pour identifier des études en cours sur les particules minérales (métrologie, exposition, toxicologie ou épidémiologie).

Le questionnaire adressé à ces organismes et les réponses transmises sont présentés en annexe 4 de ce document. Les éléments transmis lors de cette consultation sont également présentés dans les sections *ad-hoc* du rapport.

Enfin, une convention de recherche et développement (CRD) entre l'Anses, le Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM) et des laboratoires d'analyse sur l'étude du potentiel d'émissivité des matériaux en particules minérales allongées (PMA) et l'analyse de ces PMA est en cours de discussion. Cette CRD est prévue pour 2016.

Les travaux d'expertise du GT ont été soumis régulièrement au CES (tant sur les aspects méthodologiques que scientifiques). Le rapport produit par le GT tient compte des observations et éléments complémentaires transmis par les membres du CES.

Ces travaux sont ainsi issus d'un collectif d'experts aux compétences complémentaires.

L'expertise a été réalisée dans le respect de la norme NF X 50-110 « Qualité en expertise – prescriptions générales de compétence pour une expertise (Mai 2003) ».

1.4 Prévention des risques de conflits d'intérêts.

L'Anses analyse les liens d'intérêts déclarés par les experts avant leur nomination et tout au long des travaux, afin d'éviter les risques de conflits d'intérêts au regard des points traités dans le cadre de l'expertise.

Les déclarations d'intérêts des experts sont rendues publiques *via* le site internet de l'Anses (www.anses.fr).

2 Définitions et terminologie

Les définitions des particules minérales étudiées dans cette saisine sont différemment exprimées, selon le contexte, ce qui peut conduire à des confusions ou à des interprétations erronées. Ainsi, la terminologie n'est pas utilisée de façon uniforme selon les différentes disciplines concernées par la problématique (minéralogie, géologie, expologie, épidémiologie, toxicologie, médecine du travail) et les organismes internationaux, comme l'indiquent les informations recueillies par le biais de la consultation internationale (cf. annexe 4). En effet, certains termes s'appuient sur des critères morphologiques, tandis que d'autres relèvent de l'origine et du processus de formation géologique des particules minérales. Cette variabilité terminologique est à l'origine de difficultés d'interprétation et de comparaison des résultats des études relatives aux fragments de clivage ou à l'amiante en général. De ce fait, les termes tels que rapportés dans les différentes études citées dans ce rapport sont indiqués entre guillemets.

Amiante

L'amiante est un terme commercial qui décrit six minéraux naturels, des silicates hydratés, répartis en deux groupes : les serpentines et les amphiboles. Sa valeur commerciale lui est conférée par différentes propriétés particulières, telles que : faible conductivité électrique et thermique, bonne stabilité chimique, durabilité, haute résistance à la traction, flexibilité, etc. Il existe une certaine confusion associée à la terminologie « amiante » entretenue par les difficultés d'identification des différentes fibres. En effet, plusieurs silicates peuvent se présenter sous deux formes : asbestiforme et non asbestiforme. Le tableau ci-dessous donne la liste des six minéraux silicatés asbestiformes réglementés en tant qu'amiante et celle de leurs homologues non asbestiformes et donc non concernés par la réglementation sur l'amiante, avec leurs compositions chimiques et leurs numéros CAS. Dans le groupe des amphiboles, les formes asbestiformes et non asbestiformes de la trémolite, de l'actinolite et de l'anthophyllite ne portent pas un nom différent; c'est pourquoi, dans différents textes, le terme amiante ou asbestiforme est ajouté au nom du minéral. Le minéral asbestiforme et son équivalent non asbestiforme ont la même composition chimique, mais ils diffèrent par leur mode de croissance cristalline, « unidimensionnel » pour les minéraux asbestiformes et « tridimensionnel » pour les minéraux non asbestiformes.

Tableau 1 : Minéraux amiantes et leurs homologues non amiantes : composition chimique et numéro CAS

Variétés amiantes (N° CAS)	Composition chimique	Variétés non amiantes (N° CAS)
Groupe des serpentines		
Chrysotile (12001-29-5)	$[Mg_3Si_2O_5(OH)_4]$	Antigorite (12135-86-3) Lizardite (12161-84-1)
Groupe des amphiboles		
Amiante actinolite (77536-66-4)	$[Ca_2(Mg, Fe^{2+})_5Si_8O_{22}(OH)_2]$	Actinolite (13768-00-8)
Amiante anthophyllite (77536-67-5)	$[(Mg, Fe^{2+})_7Si_8O_{22}(OH)_2]$	Anthophyllite (17068-78-9)
Amiante trémolite (77536-68-6)	$[Ca_2Mg_5Si_8O_{22}(OH)_2]$	Trémolite (14567-73-8)
Amosite (12172-73-5)	$[(Mg, Fe^{2+})_7Si_8O_{22}(OH)_2]$	Grunerite (14567-61-4)
Crocidolite (12001-28-4)	$Na_2(Fe^{2+}, Mg)_3Fe^{3+}_2Si_8O_{22}(OH)_2$	Riébeckite (17787-87-0)

Ainsi, en Europe, le terme amiante fait référence aux fibres asbestiformes.

Dans son rapport d'expertise de 2009, l'Anses définit également (Afsset, 2009a) :

- Les fibres courtes d'amiante (FCA) : Longueur (L) < 5µm, Diamètre² (D) < 3 µm et rapport d'allongement (L/D) ≥ 3.
- Les fibres fines d'amiante (FFA) : Longueur (L) ≥ 5 µm, Diamètre (D) < 0,2 µm et rapport d'allongement (L/D) ≥ 3.

La représentation des types de fibres d'amiante selon leurs caractéristiques dimensionnelles est disponible en annexe 5.

Amiantifère

Qui contient des fibres d'amiante.

Matériau amiantifère

Matériau qui contient des fibres d'amiante. Aujourd'hui, il n'existe pas de seuil en France pour déclarer un matériau amiantifère. D'autres pays ont fixé un seuil entre 0,1 % et 1 % en masse pour déclarer un matériau amiantifère (cf. annexe 4).

Amphibole

Famille de silicates en chaîne, dont la composition chimique peut être représentée par $AB_2C_5T_8O_{22}(W)_2$, où A peut être Ca, Na, K, Pb ou Li ; B peut être Na, Ca, Mn^{2+} , Fe^{2+} , Mg, ou Li ; C peut être Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg, Mn^{2+} , Mn^{3+} , Al, Cr^{3+} , Ti^{4+} ou Li ; T peut être Si, Ti^{4+} , Be ou Al et W peut être OH, F, Cl ou O^{2-} (Hawthorne *et al.* 2012) Les amphiboles sont classées en fonction de leur composition chimique : ferromagnésiennes, calciques, calco-sodiques, sodiques.

² Les termes diamètre, largeur et épaisseur sont utilisés indifféremment dans le rapport.

Fibre³

Une fibre se définit comme une particule ayant un rapport longueur/diamètre (L/D)⁴ supérieur à 3, et des côtés approximativement parallèles. Le rapport L/D > 3 est essentiellement basé sur un consensus établi par les hygiénistes. Les minéralogistes préfèrent souvent utiliser un rapport de 5, voire de 10, pour caractériser une fibre (Inserm, 1999).

Fibre OMS (Organisation Mondiale de la Santé) : Les caractéristiques des fibres prises en compte pour la mesure de la concentration en nombre de fibres dans l'air par microscopie optique à contraste de phase (MOCP) sont définies par une méthode OMS de référence (OMS, 1998). La fibre se présente comme toute particule solide, naturelle ou artificielle, allongée à bords parallèles, ayant un diamètre inférieur à 3 µm, une longueur supérieure à 5 µm et un rapport d'allongement supérieur à 3. Notons que la résolution du microscope optique limite l'observation à des fibres de diamètre supérieur à 0,2 µm.

Fibre réglementaire : Dans l'air, en France, l'arrêté du 19 août 2011 et l'arrêté du 14 août 2012⁵ fixent respectivement les modalités de réalisation des mesures d'empoussièrement en fibres d'amiante dans les immeubles bâtis et les conditions de mesurage des niveaux d'empoussièrement et du contrôle du respect de la Valeur Limite d'Exposition Professionnelle (VLEP) aux fibres d'amiante. Pour l'application de ces arrêtés, sont prises en compte « toutes les fibres d'amiante dont la longueur est supérieure à 5 microns, la largeur est inférieure à 3 microns et dont le rapport longueur sur largeur est supérieur à 3 » ($L > 5 \mu\text{m}$; $D < 3 \mu\text{m}$; $L/D > 3$). L'analyse des prélèvements est réalisée en microscopie électronique à transmission analytique (META), selon la norme NF X 43-050 de janvier 1996 relative à la détermination de la concentration en fibres d'amiante par META.

Aucun document ne fixe les critères dimensionnels à prendre en compte pour qualifier la présence de fibres d'amiante dans les matériaux.

Autres définitions d'une fibre : Les critères dimensionnels considérés pour la définition des fibres varient selon les pays et organismes consultés, et les méthodes analytiques utilisées (cf. annexe 4).

Asbestiforme

Le terme asbestiforme fait référence à une morphologie (faciès)⁶ provenant d'une cristallisation naturelle et unidimensionnelle d'un minéral donnant des fibres ayant l'apparence de cheveux (fibres longues et filiformes). Cette morphologie confère au minéral des caractéristiques particulières dont un rapport d'allongement élevé, et dans certains cas, des propriétés mécaniques accrues (dont la résistance, la flexibilité et la durabilité). Ces fibres sont rassemblées dans des agglomérats ou des faisceaux pouvant facilement se séparer en plus petites fibres (fibrilles). Cet effet est à la base de la terminologie « poly-filamenteux » qui correspond à la caractéristique la plus importante de l'amiante (MSHA, 2005). Quand une pression est appliquée sur une fibre asbestiforme, elle plie plutôt qu'elle ne se brise. Le terme asbestiforme n'a pas été défini pour des besoins réglementaires. Il dépend du processus de croissance du cristal.

³ Selon les définitions, il est indiqué que le rapport d'allongement doit être strictement supérieur ou supérieur ou égal à 3. Un rapport d'allongement strictement supérieur à 3 est retenu par le GT, conformément à la définition réglementaire d'une fibre.

⁴ Le terme rapport L/D est souvent remplacé par : rapport d'allongement, rapport d'élongation ou aspect ratio (AR).

⁵ Arrêté du 19 août 2011 relatif aux modalités de réalisation des mesures d'empoussièrement dans les immeubles bâtis.

Arrêté du 14 août 2012 relatif aux conditions de mesurage des niveaux d'empoussièrement, aux conditions de contrôle du respect de la valeur limite d'exposition professionnelle aux fibres d'amiante et aux conditions d'accréditation des organismes procédant à ces mesurages.

⁶ Le terme morphologie se rapporte habituellement aux fibres et le terme faciès aux roches.

L'Agence américaine de protection de l'environnement (US EPA) a recommandé en 1993 une définition de la morphologie d'un minéral asbestiforme (traduction libre)⁷(EPA, 1993) :

« Un minéral qui est comme l'amiante, c'est-à-dire cristallisé dans une morphologie d'amiante. Certains minéraux asbestiformes peuvent ne pas avoir les qualités qui donnent à l'amiante sa valeur commerciale, telles que la longueur des fibres et la haute résistance à la traction. En microscopie optique, la morphologie asbestiforme est généralement reconnue par les caractéristiques suivantes :

- Le rapport d'allongement (longueur/diamètre) varie de 20:1 à 100:1 (ou supérieur pour des fibres de longueur supérieure à 5 µm). Les rapports d'allongement doivent être déterminés pour les fibres et non pour les faisceaux ;
- Fibrilles très fines, (diamètre inférieur à 0,5 µm) ;
- Deux caractéristiques ou plus parmi les suivantes :
 - Fibres parallèles regroupées en faisceaux ;
 - Faisceaux de fibres avec des extrémités effilochées ;
 - Agglomérats de fibres individuelles enchevêtrées ;
 - Fibres incurvées».

Cette définition est également reprise dans la norme australienne AS 4964-2004 pour l'identification de l'amiante dans les matériaux et par l'Health and Safety Executive (HSE) au Royaume-Uni (cf. annexe 4).

Non asbestiforme

Le terme non asbestiforme se rapporte à tout minéral qui n'est pas asbestiforme. Les principales morphologies des minéraux non asbestiformes ont été décrites par Campbell *et al.* (1977) (cf. annexe 6).

Les variétés minérales non asbestiformes ne se développent pas de façon unidimensionnelle en longues fibres, mais plutôt de façon bi ou tridimensionnelle. Lorsqu'une pression est appliquée sur des minéraux non asbestiformes, ces derniers peuvent se briser. Dans le cas des amphiboles, les fragments générés sont plus ou moins allongés et réguliers, leurs faces correspondant souvent à des plans de clivage.

La distinction entre asbestiforme et non asbestiforme peut être difficile : par exemple, il a été montré que des cristaux tridimensionnels peuvent se séparer en fibres très fines qui finissent par posséder les caractéristiques morphologiques des fibres asbestiformes (Germine et Puffer, 1989).

Fragments de clivage

Les fragments de clivage sont des particules minérales issues de la fragmentation de minéraux non asbestiformes (par altération naturelle ou anthropique, telles que des sollicitations mécaniques). Un fragment de clivage provenant d'un minéral amphibole non asbestiforme a la même composition chimique que son homologue asbestiforme, quand il existe.

De façon générale, les fragments de clivage se différencient des fibres asbestiformes par une longueur plus courte, une largeur plus élevée et des bordures et terminaisons moins régulières,

⁷ Said of a mineral that is like asbestos, *i.e.*, crystallized with the habit of asbestos. Some asbestiform minerals may lack the properties which make asbestos commercially valuable, such as long fiber length and high tensile strength. With the light microscope, the asbestiform habit is generally recognized by the following characteristics:

- Mean aspect ratios ranging from 20:1 to 100:1 or higher for fibers longer than 5 µm. Aspect ratios should be determined for fibers, not bundles.
- Very thin fibrils, usually less than 0.5 µm in width, and
- Two or more of the following:
 - Parallel fibers occurring in bundles
 - Fiber bundles displaying splayed ends
 - Matted masses of individual fibers and/or
 - Fibers showing curvature

tandis que la largeur des fibres d'amiante est relativement constante, quelle que soit la longueur (Siegrist, 1980).

Les fragments de clivage peuvent avoir les dimensions d'une fibre, telles que définies ci-dessus⁸.

Particule minérale allongée (PMA)

Ce terme s'applique à toute particule minérale ayant un rapport d'allongement supérieur à 3 (NIOSH, 2011). Dans le cadre de cette expertise, les PMA d'intérêt sont celles susceptibles d'être inhalées ($D < 3 \mu\text{m}$).

Dans plusieurs publications, le terme PMA est employé sans distinction de la morphologie des fibres.

Granulat

Petits morceaux de roche (<125 mm) destinés à réaliser des ouvrages de travaux publics, de génie civil et de bâtiment (d'après audition FNTP, 2015).

Matériau granulaire utilisé dans la construction. Un granulat peut être naturel, artificiel ou recyclé (norme EN 13043, d'après audition FNTP, 2015).

Enrobé à chaud / Enrobé bitumineux

Mélange de granulats (graviers et sables) et de liant bitumineux (bitume, émulsion de bitume) appliqué en une ou plusieurs couches pour constituer la chaussée (d'après audition FNTP, 2015).

Agrégats d'enrobés bitumineux

Matériaux bitumineux provenant de fraisage de couches d'enrobé, de concassage de plaques extraites de chaussées en enrobés, de morceaux de plaques d'enrobé, de déchets d'enrobé ou de surplus des productions d'enrobés (d'après audition FNTP, 2015).

⁸ Les expressions « *fibre-like cleavage fragment* » ou « *fibriforme* » sont ainsi rencontrées dans la littérature pour décrire les fragments de clivage ayant ces dimensions (Strohmeier, 2010)

3 Secteurs d'activité concernés par la problématique des fragments de clivage

3.1 Les carrières et industries utilisatrices

3.1.1 Présence potentielle de fibres d'actinolite et de fragments de clivage dans les carrières – étude du BRGM

En 2012/2013, le BRGM a réalisé pour le compte du bureau du sol et du sous-sol (BSSS) au sein de la DGPR, une étude dont le principal objectif était d'établir une liste des carrières actives susceptibles d'exploiter et/ou de rencontrer au cours de leur développement des formations géologiques renfermant des occurrences amiantifères (Lahondère et Zammit, 2013). Cette étude a concerné les carrières de France métropolitaine actuellement en activité et exploitant des matériaux massifs (les sites exploitant des formations superficielles non consolidées et allochtones n'étaient pas concernés par ce travail). Au final, une première liste correspondant à cinquante sites jugés prioritaires par le BRGM a été établie. Les critères pris en considération pour établir cette liste correspondent en particulier à la lithologie et à la géochimie des roches présentes sur les sites d'extraction, à la minéralogie de ces mêmes roches (minéralogie primaire et paragenèses métamorphiques secondaires), à la nature et à l'intensité des déformations éventuellement subies par ces roches au cours de leur évolution géologique, au caractère fragile et/ou ductile de ces déformations ainsi qu'aux caractéristiques de l'altération (importance, nature, produits d'altération). Ces informations ont principalement été recherchées dans les notices explicatives des différentes cartes géologiques à 1/50 000 concernées.

En 2014, à la suite de cette étude et en prévision des évolutions réglementaires portant sur l'abrogation du titre « Amiante » du règlement général des industries extractives (RGIE) au profit des obligations du code du travail, le MEDDE a sollicité l'appui du BRGM pour effectuer un diagnostic des cinquante sites préalablement retenus, et ce, dans le but d'établir d'une manière plus précise leur potentiel amiantifère. Sur les cinquante carrières retenues, une seule n'a pas été visitée. Pour les quarante-neuf sites visités, le programme de l'étude a compris :

- Une reconnaissance de la carrière, dans le but de rechercher les occurrences fibreuses, asbestiformes ou potentiellement asbestiformes, et d'établir le cas échéant une typologie de ces occurrences ; les espèces minérales recherchées correspondaient aux six minéraux réglementés en tant qu'amiante ;
- Le prélèvement d'échantillons, à des fins analytiques, dans le but de préciser la minéralogie des minéraux fibreux identifiés et de décrire la morphologie de ces fibres ;
- L'acquisition de données analytiques par microscopie optique, microsonde électronique et microscopie électronique ;
- La rédaction d'une fiche de synthèse établissant un diagnostic précis sur le potentiel amiantifère des matériaux exploités.

A l'issue de la présente étude, le potentiel amiantifère des carrières expertisées a pu être précisé pour quarante-deux d'entre-elles, regroupées en trois classes et cinq niveaux. Les critères retenus pour établir ce classement correspondent à un potentiel amiantifère globalement croissant du premier au dernier niveau.

La classe 1 ne comprend qu'un seul niveau correspondant aux carrières dans lesquelles les matériaux exploités ne possèdent pas de serpentine et d'amphibole dans leur minéralogie. Pour

les deux sites concernés, les matériaux exploités ne présentent pas de potentiel amiantifère à ce jour.

La classe 2 ne comprend également qu'un seul niveau. Les carrières regroupées dans ce niveau exploitent des matériaux dans lesquels des occurrences à serpentines et/ou à amphiboles fibreuses sont présentes, mais semble-t-il jamais sous une morphologie asbestiforme. Dix-sept carrières ont été concernées par ce classement.

La classe 3 correspond aux carrières pour lesquelles des occurrences asbestiformes ou potentiellement asbestiformes ont été identifiées. Cette troisième classe a été subdivisée en trois niveaux (3, 4, 5) de telle manière à intégrer les informations acquises concernant la fréquence des occurrences, leur répartition dans le gisement et leurs caractéristiques tant minéralogiques que cristallographiques. Vingt-trois carrières ont été concernées par ce classement.

A la suite de cette étude et de la publication de l'instruction ministérielle du 30 juillet 2014, des arrêtés préfectoraux ont été pris pour imposer aux exploitants dont les carrières avaient été classées en 2 ou en 3 de faire réaliser par un géologue un plan de repérage des roches contenant des amphiboles. Pour toutes les carrières de classe 3, ces arrêtés ont également demandé que soit réalisée par un laboratoire accrédité une campagne de prélèvements dans l'air en limite d'exploitation, dans le but de rechercher la présence potentielle de fibres d'amiante. Les résultats obtenus ont amené la DGPR/BSSS et le BRGM à compléter le travail de recensement et de contrôle des carrières potentiellement impactées par la présence de matériaux amiantifères. Engagée en 2015, cette action a fait l'objet d'une note ministérielle en date du 22 juillet 2015.

3.1.2 Production et utilisation, importation des granulats extraits des carrières

En France, le volume annuel de granulats mobilisé par l'activité du Bâtiment et des Travaux Publics (BTP) s'élève approximativement à 460 millions de tonnes par an (d'après audition FNTP, 2015).

Les volumes de granulats importés et exportés sont faibles compte tenu de la faible valeur ajoutée de ce matériau, et du fait que les granulats sont généralement extraits des carrières à proximité des chantiers BTP pour limiter les coûts des transports (d'après audition FNTP, 2015).

La consommation de granulats par secteur d'activité est la suivante (d'après audition FNTP, 2015) :

- Travaux routiers et ferroviaires⁹, voies et réseaux divers : 57 %
- Béton : 33 %
- Production d'enrobés : 9 %
- Ballast¹⁰ : 1 %

3.2 Secteurs des travaux routiers

Les processus de travaux sur les couches de chaussées pouvant être concernés par la problématique des fragments de clivage et de l'amiante en général sont :

- En sous-section 3 : le rabotage, appelé également fraisage, et le décroutage à l'aide d'une pelle mécanique ;
- En sous-section 4 : le carottage, le sciage, le sondage, l'ouverture au marteau piqueur.

Les métiers concernés sont ainsi les chauffeurs-conducteurs de poids lourds, fraiseuse, raboteuse, balayeuse, régleuse, gratteuse, et les ouvriers au sol, tels que les pelleteurs, piqueurs, régleurs, laveurs ou opérateurs réalisant le conditionnement des déchets et le nettoyage des chantiers.

⁹ Sous-couches de plateformes de structures ferroviaires.

¹⁰ Les ballasts constituent la partie supérieure des structures de voies ferrées.

3.3 Autres secteurs potentiellement concernés en France

En fonction de la nature des travaux à réaliser, à savoir intervention sur terrain naturel ou intervention dans le cadre de la réhabilitation ou mise en sécurité d'un site pollué, différentes sources d'informations permettent de connaître la présence d'amiante. Pour les terrains naturels, plusieurs références de classement de l'aléa amiante existent sur le site du BRGM¹¹.

Les différents secteurs et métiers potentiellement concernés par la problématique des fragments de clivage sont les suivants :

- Les géologues (contrôles géologiques dans le cadre de chantiers) ;
- Les travaux de génie civil sur terrains amiantifères ou zones remblayées avec des matériaux pollués à l'amiante (cf. Guide de prévention INRS ED6142 « Travaux en terrain amiantifère – Opérations de génie civil de bâtiment et de travaux publics », INRS (2013a)). Les personnels sont potentiellement exposés dès lors qu'il s'agit d'une opération liée à l'aménagement du territoire pour répondre au besoin de l'urbanisation (travaux de construction et d'aménagement de voiries, créations de réseaux enterrés ou tunnels, réalisation de fouilles ou sondages, entretien des abords des voies de circulation, terrassement des plates-formes d'habitation, de lotissement, etc...) ou de travaux de mise en sécurité, pour des raisons environnementales, et de réhabilitation d'anciens sites pollués à l'amiante ;
- Les métiers en lien avec la conception, l'entretien et la maintenance des zones de loisirs sur terrains amiantifères (exemple : domaines skiables ou chemins de randonnées) ;
- Les métiers de l'agriculture ;
- Le personnel des filières d'élimination, traitement, recyclage ou stockage des déchets, y compris résidus de traitement des eaux (transport, conditionnement, gardiens de déchèteries,...) (cf. Guide de prévention INRS ED6028 « Exposition à l'amiante lors du traitement des déchets », INRS (2013b)) ;
- Les métiers en lien avec la manipulation et l'utilisation de granulats ou de produits en contenant (ballast voies ferrées, bétons) ;
- Les préleveurs et les analystes des organismes accrédités (contrôles des niveaux d'empoussièrement).

Plus généralement, les terrains, constitués d'amphiboles soumis à des activités anthropiques, peuvent être source d'exposition pour tout intervenant. Enfin, dans le secteur du BTP, les travaux sur des produits manufacturés à partir de matériaux naturels susceptibles de contenir des fragments de clivage sont également concernés. Cela peut concerner par exemple les secteurs ou travaux suivants :

- Secteur de la construction de bâtiments résidentiels ou non résidentiels ou d'ouvrages de génie civil (chantiers de construction neuve, rénovations, réparations, extension et transformations par exemple). Secteur de la démolition de bâtiments résidentiels ou non résidentiels ou d'ouvrages de génie civil.
- Travaux d'installation électrique, plomberie etc.
- Travaux de finition.

¹¹ Les données des cartographies BRGM figurent sur le portail : <http://www.infoterre.brgm.fr>.

4 Périmètre de l'expertise

Le périmètre initial de l'expertise concerne les fragments de clivage issus des homologues non asbestiformes des amphiboles relevant de la réglementation amiante (*i.e.* actinolite, anthophyllite, trémolite, grunérite, riébeckite).

Dans la nature, d'autres amphiboles peuvent se présenter sous forme asbestiforme et/ou non asbestiforme. Ces dernières peuvent générer des fragments de clivage. Les compositions chimiques des diverses variétés d'amphiboles diffèrent sur de larges intervalles, en raison de nombreuses possibilités de substitution d'atomes au sein de leur réseau cristallin. Non seulement les compositions d'espèces données varient en fonction des gisements, mais elles peuvent varier entre les occurrences proches d'un même gisement. Ainsi, certaines amphiboles initialement considérées comme de l'actinolite ou de la trémolite dans la classification des amphiboles, ont été reclassées en winchite ou en fluoro-édénite (Comba *et al.* 2003 ; Mazziotti-Tagliani *et al.* 2009 ; US EPA, 2014).

Du fait de l'existence de données préoccupantes quant à la toxicité d'espèces minérales appartenant aux mêmes sous-groupes que certaines des amphiboles concernées par la saisine, et de leur grande proximité en termes de composition chimique, l'ensemble des amphiboles calciques et calco-sodiques a été inclus dans le périmètre de l'expertise.

Des recherches bibliographiques ont été effectuées sur Pubmed et Scopus. Les espèces minérales sur lesquelles des articles relatifs à l'exposition ou à la toxicité ont été identifiés figurent en gras dans le tableau 2 (liste des sous-groupes). Aucune donnée toxicologique n'a pu être identifiée pour les autres espèces minérales d'amphiboles calciques et calco-sodiques.

Tableau 2 : Liste des séries d'amphiboles calciques et calco-sodiques, selon la classification de Nickel Strunz, retenue par l'International Mineralogical Association (IMA), modifiée selon Hawthorne *et al.* (2012)

Groupe	Sous-groupe	Espèce	Classification de Strunz	Composition chimique
Amphiboles	Calciques	Joersmithite	9 DE 10	$\text{PbCa}_2(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+})_5\text{Si}_6\text{Be}_2\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
		Ferroactinolite	9 DE 10	$\text{Ca}_2\text{Fe}^{2+}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
		Edénite	9 DE 10	$\text{NaCa}_2\text{Mg}_5\text{Si}_7\text{AlO}_{22}(\text{OH})_2$
		Actinolite	9 DE 10	$\text{Ca}_2(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
		Cannilloite	9 DE 10	$\text{CaCa}_2\text{Mg}_4\text{Al}(\text{Si}_5\text{Al}_3)\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
		Ferrohornblende	9 DE 10	$\text{Ca}_2[\text{Fe}^{2+}_4(\text{Al}, \text{Fe}^{3+})]\text{Si}_7\text{AlO}_{22}(\text{OH})_2$
		Fluoroédénite	9 DE 10	$\text{NaCa}_2\text{Mg}_5\text{Si}_7\text{AlO}_{22}(\text{F}, \text{OH})_2$
		Hastingsite	9 DE 10	$\text{NaCa}_2(\text{Fe}^{2+}_4\text{Fe}^{3+})\text{Si}_6\text{Al}_2\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
		Kaersutite	9 DE 10	$\text{NaCa}_2(\text{Mg}_4\text{Ti})\text{Si}_6\text{Al}_2\text{O}_{23}(\text{OH})_2$
		Magnésiohornblende	9 DE 10	$\text{Ca}_2[\text{Mg}_4(\text{Al}, \text{Fe}^{3+})]\text{Si}_7\text{AlO}_{22}(\text{OH})_2$
		Pargasite	9 DE 10	$\text{NaCa}_2(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_4\text{Al}(\text{Si}_6\text{Al}_2)\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
		Sadanagaite	9 DE 10	$(\text{K}, \text{Na})\text{Ca}_2(\text{Fe}^{2+}, \text{Mg}, \text{Al}, \text{Ti})_5[(\text{Si}, \text{Al})_8\text{O}_{22}](\text{OH})_2$
		Tschermakite	9 DE 10	$\text{Ca}_2(\text{Mg}_3\text{AlFe}^{3+})\text{Si}_6\text{Al}_2\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
		Trémolite	9 DE 10	$\text{Ca}_2\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
	Calco-sodiques	Winchite	9 DE 20	$(\text{CaNa})\text{Mg}_4(\text{Al}, \text{Fe}^{3+})\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
		Barroisite	9 DE 20	$(\text{CaNa})\text{Mg}_3(\text{Al}, \text{Fe}^{3+})\text{Si}_7\text{AlO}_{22}(\text{OH})_2$
		Katophorite	9 DE 20	$\text{Na}(\text{CaNa})\text{Fe}^{2+}_4(\text{Al}, \text{Fe}^{3+})\text{Si}_7\text{AlO}_{22}(\text{OH})_2$
		Richterite	9 DE 20	$\text{Na}(\text{CaNa})(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_5[\text{Si}_8\text{O}_{22}](\text{OH})_2$
		Taramite	9 DE 20	$\text{Na}(\text{CaNa})\text{Fe}^{2+}_3\text{AlFe}^{3+}[\text{Si}_6\text{Al}_2\text{O}_{22}](\text{OH})_2$
	...			

Les diagrammes de limites de composition des amphiboles calciques et calco-sodiques sont présentés en annexes 7 et 8.

5 Réglementation

5.1 Généralités

L'interdiction totale de l'amiante est entrée en vigueur, en France, en 1997 avec l'application du décret n°96-1133 du 24 décembre 1996. Ce décret interdit « *la fabrication, la transformation, la vente, l'importation, la mise sur le marché national et la cession à quelque titre que ce soit de toutes variétés de fibres d'amiante, que ces substances soient ou non incorporées dans des matériaux, produits ou dispositifs* ».

Au niveau européen, la directive 99/77/CE (qui constitue une adaptation au progrès technique de la directive 76/769/CE et dont la mise en œuvre devait être effective, au plus tard au 1^{er} janvier 2005) a interdit la mise sur le marché et l'emploi des fibres d'amiante et des produits auxquels elles ont été délibérément ajoutées. Ces dispositions ont ainsi été reprises dans l'annexe XVII de REACH¹² qui définit les restrictions sur la fabrication, la mise sur le marché et l'utilisation de certaines substances dangereuses, mélanges et articles. Ainsi, la fabrication, la mise sur le marché et l'utilisation de fibres d'amiante (Crocidolite, n°CAS 12001-28-4 ; Amosite, n°CAS 12172-73-5 ; Anthophyllite, n°CAS 77536-67-5 ; Actinolite n°CAS 77536-66-4 ; Trémolite n°CAS 77536-68-6 ; Chrysotile, n° CAS 12001-29-5) et des articles contenant ces fibres ajoutées intentionnellement sont interdites¹³.

En ce qui concerne la protection des travailleurs contre les risques liés à une exposition à l'amiante, la directive 2003/18/CE a interdit les activités qui exposent les travailleurs (sans préjudice d'autres dispositions communautaires relatives à la commercialisation et à l'utilisation de l'amiante) lors de l'extraction de l'amiante, de la fabrication et la transformation de produits d'amiante, la fabrication ou la transformation de produits qui contiennent de l'amiante délibérément ajouté (à l'exception du traitement et de la mise en décharge des produits résultant de la démolition ou du désamiantage). Par ailleurs, la directive 2009/148/CE du Parlement Européen et du Conseil du 30 novembre 2009 précise les règles de protection et de prévention destinées à limiter ces risques. Elle abroge la directive originelle 83/477/CEE du 19 septembre 1983, codifie et regroupe dans un nouvel acte les modifications successives apportées à l'ancienne directive amiante.

Cette directive s'applique aux 6 minéraux suivants :

- Chrysotile, n° CAS : 12001-29-5 ;
- Actinolite-amiante, n° CAS : 77536-66-4 ;
- Anthophyllite-amiante, n° CAS : 77536-67-5 ;
- Trémolite-amiante, n° CAS : 77536-68-6 ;
- Crocidolite, n° CAS : 12001-28-4 ;
- Amosite, n° CAS : 12172-73-5.

Cette directive indique notamment que « *les employeurs veillent à ce qu'aucun travailleur ne soit exposé à une concentration d'amiante en suspension dans l'air supérieure à 0,1 fibre par cm³ (100 F/L) mesurée de préférence en MOCP conformément à la méthode recommandée par l'OMS en*

¹² Registration, Evaluation, Authorization and Restriction of Chemicals) (CE) n°1907/2006 du 18 décembre 2006 concernant l'enregistrement, l'évaluation et l'autorisation des substances chimiques, ainsi que les restrictions applicables à ces substances.

¹³Toutefois, les États membres peuvent en exempter la mise sur le marché et l'utilisation de diaphragmes contenant du chrysotile pour les installations d'électrolyse jusqu'à ce qu'ils atteignent la fin de leur vie utile, ou jusqu'à ce que des substituts appropriés sans amiante deviennent disponibles (cf. annexe XVII du règlement REACH).

1997, ou toute autre méthode qui donne des résultats équivalents, par rapport à une moyenne pondérée dans le temps sur 8 heures (TWA)¹⁴ ».

La directive précise également que seules les fibres ayant une longueur supérieure à 5 µm, un diamètre inférieur à 3 µm et un rapport d'allongement supérieur à 3, doivent être comptées dans l'air ($L > 5 \mu\text{m}$; $D < 3 \mu\text{m}$; $L/D > 3$).

Les fragments de clivage des amphiboles citées ci-dessus et respectant ces dimensions ne sont donc actuellement pas spécifiquement encadrés par la directive. Cependant, la technique MOCP ne permet pas de discriminer les fragments de clivage des fibres asbestiformes d'une même espèce minérale.

En France, la réglementation relative au risque d'exposition professionnelle à l'amiante a été intégralement réformée par le décret n°2012-639 du 4 mai 2012 et ses différents arrêtés d'application, puis récemment par le décret n° 2015-789 du 29 juin 2015.

Ainsi, la section 3 : Risques d'exposition à l'amiante du Code du travail (Partie Réglementaire > Partie IV : Santé et Sécurité au Travail > Livre IV : Prévention de certains risques d'exposition > Titre I : Risques chimiques > Chapitre II : Mesures de prévention des risques chimiques, entièrement révisée, précise les modalités pour la protection des travailleurs contre les risques liés à une exposition à l'amiante.

L'employeur, dans sa démarche d'évaluation des risques, doit estimer le niveau d'empoussièrement correspondant à chacun des processus de travail et les classer selon les trois niveaux définis à l'article R.4412-98 modifié par le décret n°2015-789. Selon le niveau d'empoussièrement, l'employeur met à disposition des travailleurs des moyens de protection collectifs (MPC) et des équipements de protection individuelle (EPI) adaptés aux opérations à réaliser et assurant le respect de la VLEP_8 h. Le contrôle de l'empoussièrement et celui du respect de la VLEP_8 h se font en utilisant la META¹⁵. En France, la VLEP_8 h applicable depuis le 2 juillet 2015 est de 10 F/L.

Des dispositions particulières sont établies pour deux types de travaux :

- Les activités relevant de la sous-section 4 c'est-à-dire les « interventions sur des matériaux, des équipements, des matériels ou des articles susceptibles de provoquer l'émission de fibres d'amiante ». Ces opérations sont régies par les articles R. 4412-144 et suivants du Code du travail ;
- Les activités ciblées par la sous-section 3, à savoir les « travaux de retrait ou d'encapsulage d'amiante et de matériaux, d'équipements et de matériels ou d'articles en contenant, y compris dans les cas de démolition ». Ces activités font l'objet de mesures supplémentaires, définies aux articles R. 4412-125 et suivants du Code du travail.

Des arrêtés (arrêté du 7 mars 2013 et arrêté du 8 avril 2013) précisent également les conditions d'utilisation, d'entretien et de vérification des MPC et des EPI.

5.2 Cas des travaux routiers

Dans le cadre des évolutions de la réglementation suite aux avis de l'Afsset de 2009 (Afsset 2009a et 2009b) et de l'Anses de 2010 (Anses, 2010), le décret du 4 mai 2012 relatif aux risques d'exposition à l'amiante a rappelé la portée de l'obligation d'évaluation préalable des risques incombant au donneur d'ordre, sur la base des articles L.4121-3 et L.4531-1 du Code du travail. S'agissant de l'amiante, cela se traduit par des repérages avant travaux, dont les résultats conduisent le donneur d'ordre à mettre ou non son opération sous réglementation amiante et permettent à l'entreprise de procéder à sa propre analyse de risques. Dans ce contexte

¹⁴ Time Weighted Average.

¹⁵ Depuis 2011, la META est utilisée (Afsset, 2009a et 2009b).

réglementaire, la circulaire du 15 mai 2013 de la DGITM porte instruction sur la gestion des risques sanitaires liés à l'amiante dans le cas de travaux sur les enrobés amiantés du réseau routier national non concédé. Cette instruction opérationnelle porte notamment sur la cartographie des zones amiantées, les modalités d'intervention, la gestion des déchets, l'information du personnel et s'applique au réseau routier national.

En effet, jusqu'à la moitié des années 90, certaines couches de chaussée ont été réalisées avec des enrobés pouvant contenir de l'amiante ajouté intentionnellement, généralement du chrysotile, autour de 1 % de la masse totale. La répartition par type de réseau et par région est hétérogène.

Ainsi, les travaux sur voirie sont concernés par la réglementation amiante. Ces travaux peuvent être de deux natures différentes, conduisant à des obligations réglementaires en matière d'amiante différentes :

- Les opérations de grande envergure, que constituent les travaux de démolition et de rabotage de chaussées, relèvent davantage des activités ciblées par la sous-section 3 ;
- Les interventions ponctuelles sur les revêtements routiers (découpes d'enrobés, bouchages de nid-de-poule, carottages en vue d'un repérage, etc.) relèvent généralement de la sous-section 4.

C'est suite à cette nouvelle réglementation, applicable au 1^{er} juillet 2014, que de nombreuses analyses d'amiante ont été réalisées sur différents chantiers routiers et que la présence d'actinolite a été décelée dans des granulats.

5.3 Cas des mines et carrières

L'activité des mines et carrières était initialement réglementée de façon spécifique, notamment par le biais du RGIE (Règlement général des industries extractives).

Depuis le 1^{er} janvier 2014, le Titre « Empoussiérage » du RGIE a été abrogé par le décret n°2013-797 du 30 août 2013. Les dispositions du Code du travail sont complétées afin de prendre en compte les spécificités des industries extractives.

Le RGIE contenait également un titre « Amiante » qui traitait des activités de confinement, retrait et travaux susceptibles d'émettre des fibres d'amiante, activités également traitées dans le Code du travail, ainsi que de l'activité d'extraction qui était spécifique aux industries extractives.

Depuis le 19 juillet 2014, le titre « Amiante » du RGIE a été abrogé par le décret n°2014-802 du 16 juillet 2014 qui rend applicables, dans les mines, carrières et leurs dépendances, sans complément ou adaptation, les dispositions du Code du travail prévues en matière de protection contre l'amiante au lieu et place du titre « Amiante » du RGIE.

5.4 Cas des déchets

En France, les déchets amiantés sont soumis à la réglementation générale des déchets dangereux et à une réglementation spécifique amiante formalisée dans le Code de la santé publique, le Code du travail, le Code de l'environnement et l'Accord européen relatif au transport international des marchandises dangereuses par route (ADR). Cette réglementation s'inscrit dans le cadre réglementaire général européen sur la gestion des déchets (directive cadre n° 2008/98/CE du 19 novembre 2008 relative aux déchets) et la réglementation concernant la protection des travailleurs contre les risques liés à une exposition à l'amiante pendant le travail (directive 2009/148/CE du 30 novembre 2009).

Les déchets issus des industries extractives sont encadrés par un dispositif réglementaire spécifique (cf. chapitre 5.5 « cas des industries extractives »).

Les déchets sont classés selon leur nature : dangereux ou inertes, le caractère dangereux étant défini par l'annexe II de l'article R541-8 du Code de l'environnement.

Un déchet dangereux est défini comme « *tout déchet qui présente une ou plusieurs des propriétés de dangers énumérées à l'annexe I au présent article. Ils sont signalés par un astérisque dans la liste des déchets de l'annexe II au présent article* ». Cette annexe précise également au

paragraphe 5 que « si des déchets sont indiqués comme dangereux par une mention spécifique ou générale de substances dangereuses, ces déchets ne sont dangereux que si ces substances sont présentes dans des concentrations (pourcentage en masse) suffisantes pour que les déchets présentent une ou plusieurs des propriétés énumérées à l'annexe I de l'article R. 541-8. ». Parmi ces propriétés sont cités le caractère toxique («substances et préparations (y compris les substances et préparations très toxiques) qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent entraîner des risques graves, aigus ou chroniques, voire la mort») et cancérigène («substances et préparations qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent produire le cancer ou en augmenter la fréquence»).

Ainsi, les déchets d'amiante sont tous des déchets dangereux dès lors qu'une fibre d'amiante est présente, car aucune concentration (pourcentage en masse) n'est établie. Ces déchets ne suivent toutefois pas les mêmes filières d'élimination selon qu'il s'agit de :

- Déchets d'amiante lié à des matériaux inertes : déchets contenant de l'amiante lié à des matériaux de construction inertes ayant conservé leur intégrité relevant du code 17 06 05* de la liste des déchets¹⁶. Il s'agit de matériaux de construction où les fibres d'amiante sont intégrées à une matrice solide (amiante ciment - plaques ondulées pour couverture ou bardage, tuyaux et canalisations en fibrociment, etc.) ;
- Déchets de terres amiantifères : déchets de matériaux géologiques naturels excavés contenant naturellement de l'amiante et relevant du code 17 05 03*¹⁷ de la liste des déchets ;
- Autres déchets d'amiante :
 - Matériaux qui se délitent par nature : flocages, calorifugeages, bourres d'amiante, amiante en feuille (faux-plafond, par exemple), amiante tissé, amiante intégré à des poudres (ex : mortiers) ;
 - Amiante mélangé ou incorporé dans des matériaux non inertes (résines, matières plastiques, solutions visqueuses) (par exemple : dalles de vinyle, colles, colles bitumineuses, mastics, joints liés à des matériaux non inertes) ;
 - Les équipements de protection jetables et autres assimilés : combinaisons, filtres, gants, sacs aspirateurs, résidus de nettoyage... ;
 - Tous types de déchets d'amiante lié à des matériaux inertes ayant perdu leur intégrité.

L'arrêté du 12 mars 2012 relatif au stockage des déchets d'amiante a modifié les conditions d'élimination des déchets de matériaux contenant de l'amiante lié, qui ne sont plus acceptés dans les installations de stockage de déchets inertes.

Les conditions de stockage ont été modifiées et sont présentées dans le tableau 3.

¹⁶ La liste des déchets est définie à l'annexe II de l'article R541-8 du Code de l'environnement. Le code « 17 06 05* » correspond à « Matériaux de construction contenant de l'amiante ».

¹⁷ Le code « 17 05 03* » correspond à « Terres et cailloux contenant des substances dangereuses ».

Tableau 3 : Conditions de stockage des déchets d'amiante

	Avant le 1 ^{er} juillet 2012			Après le 1 ^{er} juillet 2012		
	Type d'installation de stockage					
	Classe 1 (déchets dangereux)	Classe 2 (déchets non dangereux)	Classe 3 (déchets inertes)	Classe 1 (déchets dangereux)	Classe 2 (déchets non dangereux)	Classe 3 (déchets inertes)
Amiante lié à des matériaux inertes	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Non
Terre amiantifère	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Non
Autres déchets d'amiante	Oui	Non	Non	Oui	Non	Non

5.5 Cas des industries extractives

Les déchets résultant de la prospection, de l'extraction, du traitement et du stockage de ressources minérales, ainsi que de l'exploitation des carrières sont encadrés par une directive spécifique, la directive 2006/21/CE du Parlement européen et du Conseil du 15 mars 2006 concernant la gestion des déchets de l'industrie extractive. Cette directive prescrit des mesures, des procédures et des orientations destinées à prévenir ou à réduire les effets néfastes sur l'environnement et les risques pour la santé humaine résultant de la gestion des déchets des industries extractives.

Cette directive a été transposée en France par différents textes, dont l'arrêté du 5 mai 2010 qui définit notamment les déchets inertes. Sont considérés comme déchets inertes, au sens de cet arrêté, les déchets répondant, à court terme comme à long terme, à l'ensemble des critères suivants :

- Les déchets ne sont susceptibles de subir aucune désintégration ou dissolution significative, ni aucune autre modification significative, de nature à produire des effets néfastes sur l'environnement ou la santé humaine ;
- Les déchets présentent une teneur maximale en soufre sous forme de sulfure de 0,1 %, ou les déchets présentent une teneur maximale en soufre sous forme de sulfure de 1 % et le ratio de neutralisation, défini comme le rapport du potentiel de neutralisation au potentiel de génération d'acide et déterminé au moyen d'un essai statique prEN 15875, est supérieur à 3 ;
- Les déchets ne présentent aucun risque d'autocombustion et ne sont pas inflammables ;
- La teneur des déchets, y compris celle des particules fines isolées, en substances potentiellement dangereuses pour l'environnement ou la santé humaine, et particulièrement en certains composés de As, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, V et Zn, est suffisamment faible pour que le risque soit négligeable pour la santé humaine et pour l'environnement, tant à court terme qu'à long terme. Sont considérées à cet égard comme suffisamment faibles pour que le risque soit négligeable pour la santé humaine et pour l'environnement les teneurs ne dépassant pas les seuils fixés au niveau national pour les sites considérés comme non pollués, ou les niveaux de fond naturels nationaux pertinents ;
- Les déchets sont pratiquement exempts de produits, utilisés pour l'extraction ou pour le traitement, qui sont susceptibles de nuire à l'environnement ou à la santé humaine.

Il est à noter que dans le cas de l'amiante, aucun seuil n'est établi pour considérer le risque négligeable.

5.6 Seuils pour déclarer un matériau amiantifère

En France, la question d'un seuil amiantifère dans les matériaux n'est pas réglementée, que cela soit dans le cadre de la réglementation relative à la protection des travailleurs, relative à la mise sur le marché d'articles contenant de l'amiante (intentionnellement ajouté ou non) ou relative aux déchets amiantés.

Le décret n°96-1133 du 24 décembre 1996 relatif à l'interdiction de l'amiante n'est assorti d'aucun seuil, ce qui implique que la présence d'une fibre d'amiante est suffisante pour que le matériau soit interdit pour la fabrication, la transformation et la mise sur le marché. La réglementation relative aux déchets introduit la notion de seuil (pourcentage massique de substance dangereuse) mais n'établit aucune valeur en ce qui concerne l'amiante.

Au niveau européen, aucune réglementation ne fixe de seuil pour considérer un matériau comme amiantifère.

Certains pays ont établi une teneur limite en amiante pour la mise sur le marché d'articles ou de mélanges contenant de l'amiante (cf. annexe 4). Par exemple en Allemagne, l'ordonnance sur la protection contre les substances dangereuses du 26 novembre 2010¹⁸ mentionne dans son annexe II (§16, alinéa 2) concernant des restrictions spécifiques à la fabrication et à l'utilisation de certaines substances, préparations et produits que « *L'extraction, le traitement, la transformation et la réutilisation de matières premières minérales d'origine naturelle et de préparations et de produits, dont la teneur en amiante est supérieure à 0,1 % en masse, est interdite* ». Ce seuil, déterminé en Microscopie électronique à balayage électronique (MEBA)¹⁹, ne dispense toutefois pas de la mise en œuvre des mesures de prévention et protection adaptées. Ces dispositions sont décrites dans le TRGS 517 (2013) qui est le document décrivant les règles techniques relatives aux activités mettant en œuvre des matières premières minérales susceptibles de contenir de l'amiante ou des mélanges et produits fabriqués à partir de celles-ci. Ce document, publié par le ministère allemand du travail et des affaires sociales au Journal Officiel, transpose dans son champ d'application les exigences du décret allemand sur les substances dangereuses.

Historiquement, un seuil de 1 % en masse avait été introduit en 1973 aux Etats Unis afin de permettre l'utilisation de matériaux contenant des traces d'amiante naturel ou contenant moins de 1 % d'amiante intentionnellement ajouté pour améliorer l'efficacité du matériau. Cette teneur a été établie en lien avec la limite de détection des méthodes d'analyses utilisées (microscopie optique). Les réglementations ultérieures établies par l'US EPA n'ont pas remis en cause cette valeur de 1 %. De même, cette valeur de 1 % est actuellement utilisée par l'OSHA²⁰ dans la réglementation relative à la santé et la sécurité des travailleurs pour définir un matériau contenant de l'amiante (29 CFR Part 1910.1001).

L'US EPA reconnaît que ce seuil de 1 % a largement été utilisé par les gestionnaires de sites comme seuil d'action pour la protection de la santé des travailleurs et reconnaît également que ce seuil n'est pas fondé sur une évaluation de risques. L'US EPA recommande plutôt d'évaluer le potentiel d'émissivité des matériaux (sol, granulats) en fibres (cf. annexe 4).

¹⁸ Verordnung zum Schutz vor Gefahrstoffen vom 26. November 2010

¹⁹ Selon le protocole de détermination analytique de faibles teneurs massiques en fibres d'amiante dans les poudres et poussières en MEBA (protocole n° 7487 - BIAArbeitsmappe Messung von Gefahrstoffen. Lfg.31 - X/2003).

²⁰ L'OSHA est le principal organisme fédéral chargé de l'application de la législation de la sécurité et de la santé aux Etats-Unis

6 Exposition professionnelle aux fragments de clivage

6.1 Mesures d'empoussièrement dans les carrières et les chantiers routiers en France

Des campagnes de mesures d'empoussièrement dans les carrières sont actuellement en cours. Ces campagnes concernent les sites classés dans le groupe 3 par le BRGM (3 campagnes par site) (risque avéré d'amiante et risque de présence d'amphiboles, cf. chapitre 3.1.1) (D'après audition UNICEM, 2015). Ces analyses sont réalisées dans le respect des normes en vigueur, or ces méthodes ne permettent pas toujours de faire la distinction entre les fibres asbestiformes et les fragments de clivage.

Sur les chantiers routiers, des mesures d'empoussètements sont réalisées à la demande des collectivités locales et des entreprises de BTP. Un projet d'article portant sur les mesures d'empoussièrement en fibres d'amiante issues de travaux sur chaussées amiantées est actuellement en cours. Sa publication est prévue dans le numéro de décembre 2015 de la revue « Hygiène et sécurité au travail » (HST) de l'INRS, dans la rubrique « Etude de cas ». L'article portera sur l'exploitation des données d'exposition au chrysotile par META en lien avec l'abaissement de la VLEP de l'amiante à 10 F/L à compter du 2 juillet 2015. Les mesurages sur opérateurs et les mesurages environnementaux pourront y être exploités. Les données présentées proviendront de mesurages réalisés par des organismes accrédités, dont le Laboratoire d'étude des particules inhalées de la Ville de Paris (LEPI), ou provenant du réseau prévention CARSAT-INRS. Dans l'attente des résultats de l'expertise Anses, les conclusions ne porteront que sur les fibres d'amiante « réglementaire » intentionnellement ajoutées dans les matériaux.

Pour valider ces données, il sera notamment nécessaire de :

- Vérifier que le matériau brut contenait bien de l'amiante ;
- Connaître les conditions météorologiques le jour du prélèvement ;
- Vérifier les critères de mesurage (stratégie d'échantillonnage mise en place, rapports d'analyses complets faisant notamment apparaître les débits, durées et volumes de prélèvement, la sensibilité analytique, les fractions de filtres traitées, les bornes des intervalles de confiance, le nombre d'ouvertures explorées, les concentrations en fibres par litre, etc...) ;
- Vérifier toutes données utiles à la caractérisation des processus évalués.

Les résultats intermédiaires de ces campagnes ont été présentés par l'UNICEM et l'USIRF lors de leur audition par le GT. Ces données n'ont pas pu être expertisées par le GT (conditions d'échantillonnage, de prélèvements, de préparation des échantillons non fournies). Compte tenu des délais, et du fait que ces données ne permettront pas d'éclairer la problématique de la saisine, les résultats de ces études n'ont pas été intégrés dans le rapport d'expertise.

6.2 Autres données

Les données sur l'exposition professionnelle aux amphiboles rapportées dans les études épidémiologiques analysées par le GT sont présentées dans le chapitre 10.

Ces données ne permettent pas de distinguer des expositions spécifiques aux fragments de clivage, dans la mesure où :

- Les populations sont exposées à des mélanges complexes de particules de différentes morphologies, dont des particules asbestiformes, à l'exception des populations de travailleurs des mines de taconite et des mines d'Homestake où les échantillons analysés

dans les différentes études sont décrits par les auteurs comme étant composés quasi exclusivement de PMA non asbestiformes. Dans le cas des études relatives aux mines de taconite, les PMA sont très majoritairement courtes ($L < 5 \mu\text{m}$). Ces études se poursuivent jusqu'en 2017 ;

- Les méthodes analytiques mises en œuvre en routine dans ces études ne permettent pas de distinguer formellement les fragments de clivage des particules asbestiformes.

7 Échantillonnage des matériaux et échantillonnage atmosphérique

7.1 Stratégie d'échantillonnage des matériaux (hors Matériaux et Produits Contenant de l'Amiante (MPCA) du bâtiment)

7.1.1 Généralités sur la stratégie d'échantillonnage des matériaux naturels

Les stratégies d'échantillonnage, ainsi que les techniques de prélèvement sont rarement décrites dans les publications relatives à l'amiante. L'élaboration du plan d'échantillonnage dépend de l'objectif recherché. Il n'existe pas de normes, ou de documents de référence, permettant de donner de manière précise le nombre d'échantillons à prélever, la stratégie devant être retenue, etc. Le choix de la stratégie d'échantillonnage est le fruit d'un compromis entre les objectifs de l'étude et les différentes contraintes environnementales, logistiques ou financières.

En fonction des activités (travaux en carrières, sur routes ou travaux tunneliers par exemple), les stratégies à mettre en œuvre seront différentes.

De manière générale, une stratégie d'échantillonnage en vue d'une analyse de sols, comprend plusieurs phases :

- 1^{ère} phase : étude préliminaire : analyse historique et/ou géographique, nature pédologique et lithologique des différentes formations rencontrées ;
- 2^{ème} phase : définition des objectifs et de la recherche : contexte, choix du niveau d'information, de recherche et choix des paramètres cibles ;
- 3^{ème} phase : élaboration du plan d'échantillonnage ;
- 4^{ème} phase : mise en œuvre sur le terrain ;
- 5^{ème} phase : envoi des échantillons au laboratoire pour préparation et analyse.

Les méthodes classiques d'échantillonnage généralement mises en œuvre sont les suivantes (Pascal, 2008) :

- L'expertise, qui permet d'obtenir des résultats rapidement mais limite l'interprétation statistique de données. L'expertise n'est recevable que si les choix sont accompagnés d'une argumentation ;
- L'échantillonnage aléatoire, qui consiste à tirer au sort la localisation des échantillons. Il s'agit d'une méthode objective statistiquement mais nécessitant un grand nombre d'échantillons ;
- L'échantillonnage systématique, où les échantillons sont répartis selon une grille spatiale prédéfinie. Cette méthode permet de connaître précisément la répartition du polluant et d'estimer sa distribution ;
- L'échantillonnage stratifié, qui permet, au travers d'un découpage de la zone d'étude en strates supposées homogènes du point de vue de la contamination, puis d'un échantillonnage aléatoire ou systématique dans chaque strate, d'améliorer l'estimation de la distribution des polluants en diminuant le nombre de prélèvements si les strates sont correctement définies.

Les avantages et inconvénients de chaque stratégie d'échantillonnage sont rappelés dans le tableau 4.

Tableau 4 : Avantages et inconvénients des différentes stratégies d'échantillonnage (d'après InVS, 2008)

Stratégie	Exécution	Avantages	Inconvénients
Expertise	A partir des données disponibles et du jugement d'expert sur la localisation des échantillons.	Simple et rapide.	Pas d'analyse statistique sur les résultats, biais important possible si les hypothèses initiales sont fausses. Transparence moindre.
Aléatoire simple	Répartition des points suivant des localisations tirées au sort.	Méthode objective avec une probabilité de prélèvement égale en tout point et une faible erreur systématique. Adaptée à une cible de petite taille homogène.	Un grand nombre d'échantillons est nécessaire, l'exécution est coûteuse.
Systématique	Répartition des points suivant un maillage régulier prédéterminé. Le maillage peut être carré, rectangulaire ou triangulaire.	La répartition uniforme des points permet de connaître précisément la répartition spatiale et/ou temporelle du polluant, de calculer la moyenne et les percentiles de la concentration et de rechercher d'éventuels points chauds.	Une grille inadaptée peut conduire à des erreurs systématiques (par exemple, la grille coïncide systématiquement avec les points les plus pollués).
Stratifié	Subdivision de la zone d'étude en sous-zones homogènes et répartition des points d'échantillonnage dans chaque zone en fonction des surfaces ou de la variabilité supposée.	La prise en compte de l'existence de « strates » influant sur la répartition du polluant, améliore la précision avec un nombre réduit d'échantillons.	Très sensible aux hypothèses faites lors de la stratification et donc risque d'erreurs si ces hypothèses sont fausses. Nécessite une connaissance importante de la zone d'étude.

Dans son rapport sur l'amiante environnemental, l'Anses a abordé la problématique de l'échantillonnage de sols en vue de mettre en évidence la présence d'amiante et cite notamment le guide d'investigation des sites élaboré par le California Dpt Conservation (Clinkenbeard *et al.* 2002) qui décrit deux types de stratégies d'échantillonnage (Anses, 2010) :

- L'échantillonnage ciblé, basé sur des considérations géologiques, et dont l'objectif est de confirmer de façon quantitative la présence d'amiante. Cet échantillonnage se rapproche de « l'expertise » décrite précédemment ;
- L'échantillonnage non ciblé lorsqu'aucun élément n'indique la présence d'amiante. Cet échantillonnage peut être réalisé de manière aléatoire simple, systématique ou stratifiée.

Par ailleurs, plusieurs guides généraux pour l'élaboration d'un plan d'échantillonnage de sols en vue d'analyses ultérieures existent (CEAEQ, 2008²¹ ; Anses, 2010) et peuvent fournir des éléments pour concevoir une stratégie d'échantillonnage d'un site (carrière, route, etc.) en vue d'une analyse d'amiante.

²¹ Centre d'Expertise en Analyse Environnementale au Québec.

En fonction de l'hétérogénéité du sol et de la granulométrie, les différentes stratégies d'échantillonnage nécessiteront une prise d'échantillon plus ou moins importante (cf. tableau 5).

Tableau 5 : Conséquences de l'hétérogénéité et de la granulométrie sur l'approche de l'échantillonnage (d'après CEAEQ, 2008)

	Faible hétérogénéité de distribution (suffisamment concentrée dans l'espace)		Forte hétérogénéité de distribution (grande dispersion)	
	Volume d'échantillon*	Type d'échantillonnage recommandé	Volume d'échantillon	Type d'échantillonnage recommandé
Forte hétérogénéité de constitution et granulométrie grossière	Grand	Aléatoire ou non aléatoire	Grand	Non aléatoire, très souvent ciblé
Forte hétérogénéité de constitution et granulométrie fine	Moyen	Aléatoire (en général, aucun ciblage n'est possible ni nécessaire)	Très grand	Aléatoire (ciblé si on peut identifier les zones contaminées)
Faible hétérogénéité de constitution et granulométrie grossière	Moyen à grand	Aléatoire ou non aléatoire	Moyen à grand	Non aléatoire ou ciblé
Faible hétérogénéité de constitution et granulométrie fine	Petit	Aléatoire ou non aléatoire	Moyen (est fonction de la granulométrie du milieu)	Aléatoire (à moins de pouvoir identifier une zone contaminée)

* Il s'agit du volume requis pour que l'échantillon ait, dans la mesure du possible, une valeur représentative de l'ensemble.

7.1.2 Cas des carrières

En carrières, deux types d'échantillonnage doivent être considérés : l'échantillonnage sur fronts de taille et l'échantillonnage des granulats produits et commercialisés.

Les occurrences fibreuses potentiellement asbestiformes présentes dans certains matériaux naturels exploités en carrières sont plus ou moins faciles à identifier au niveau des fronts de taille, les principales difficultés rencontrées dépendant notamment de la nature géologique des matériaux concernés, du (ou des) type(s) d'occurrence(s) présents et de l'abondance de ces occurrences. Au niveau des fronts de taille, les occurrences fibreuses potentiellement asbestiformes peuvent être soit identifiées à l'œil nu (ou à l'aide d'une simple loupe de terrain), soit être indétectables à l'œil nu et par conséquent uniquement suspectées à ce stade des investigations.

Lorsque des occurrences fibreuses potentiellement asbestiformes sont directement identifiées au niveau des fronts de taille, il est possible pour le géologue d'établir une typologie de ces occurrences et de préciser leur répartition et leur abondance dans le gisement. La stratégie d'échantillonnage à mettre en œuvre repose alors principalement sur le prélèvement d'échantillons parfaitement localisés et ciblés (Expertise). Dans le cas contraire, lorsqu'aucune occurrence n'est identifiable à l'œil nu, la stratégie d'échantillonnage à mettre en œuvre doit reposer sur un échantillonnage systématique mais non aléatoire des matériaux présents.

Quel que soit le cas de figure, la stratégie d'échantillonnage à mettre en œuvre pour caractériser le potentiel amiantifère de matériaux naturels exploités en carrières nécessite au préalable d'avoir -

ou d'acquérir - des connaissances suffisantes sur la nature pétrographique et la minéralogie de ces derniers. Cette connaissance permet de concentrer les investigations et l'échantillonnage sur les seuls matériaux éventuellement concernés par la présence d'occurrences fibreuses potentiellement asbestiformes et ainsi d'éviter des études inutiles.

Les échantillons prélevés au niveau des fronts de taille correspondent soit à des matériaux massifs et cohérents dans lesquels aucune occurrence fibreuse potentiellement asbestiforme n'est identifiable à l'œil nu, soit à des structures fibreuses pour lesquelles le potentiel asbestiforme apparaît clairement. En fonction de la nature et du type de l'échantillon, le protocole analytique à mettre en œuvre en laboratoire sera différent.

L'échantillonnage des granulats ne répond pas aux mêmes objectifs que celui réalisé au niveau des fronts de taille, la question étant cette fois de contrôler le caractère non amiantifère des produits commercialisés.

7.1.3 Cas des routes

Préalablement aux travaux routiers, il convient d'établir l'absence ou la présence d'amiante afin de mettre en œuvre les mesures adaptées.

Un guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux a été élaboré sous l'égide du comité de pilotage « Prévention des risques professionnels dans les travaux routiers », auquel ont participé différents organismes (USIRF/DGT/CNAMTS/FNTP/INRS/OPP-BTP/GNMST-BTP, 2013) :

- L'Union des syndicats de l'industrie routière française (USIRF) ;
- La Direction générale du travail (DGT) ;
- La Caisse nationale de l'assurance maladie des travailleurs salariés (CNAMTS)
- La Fédération Nationale des Travaux Publics (FNTP) ;
- L'Institut Nationale de Recherche et de Sécurité pour la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles (INRS) ;
- L'Organisme professionnel de la prévention du bâtiment et des travaux publics (OPP-BTP) ;
- Le Groupement national multidisciplinaire de santé au travail dans le BTP (GNMST-BTP).

Ce guide, initialement élaboré pour la recherche de chrysotile ajouté intentionnellement, recommande, en préalable à toute investigation sur le terrain, de recueillir des informations sur les chaussées où les travaux doivent se dérouler. Cette recherche d'information peut conclure à l'absence d'amiante intentionnellement ajouté en fonction de la date de mise en place de la couche à caractériser. Si ces informations sont insuffisantes pour exclure la présence d'amiante, alors il convient de procéder à un échantillonnage et à des analyses en laboratoire. Le guide fournit quelques indications générales sur le choix et le nombre de prélèvements à réaliser :

- Dans le cas où l'homogénéité de la couche de surface et de(s) la couche(s) sous-jacente(s) peut être garantie (nature des couches et épaisseurs, position de leur(s) interface(s)), l'analyse peut porter sur deux prélèvements par zone homogène ;
- En cas d'hétérogénéité des épaisseurs et/ou des structures, des investigations plus nombreuses devront déterminer les lots qui pourront être considérés comme homogènes ;
- A titre indicatif, on peut considérer un prélèvement par section de 200 m de voie / de chaussée comme un minimum.

Deux annexes de ce guide décrivent succinctement les modes opératoires à mettre en œuvre pour rechercher la présence d'amiante par META dans des échantillons d'enrobés prélevés par carottage ou prélevés sur stocks. Toutefois, chaque laboratoire élabore et valide son protocole de traitement. De même, la couverture des routes ou trottoirs peut être différente en fonction des époques et constituée de couches différentes, et en fonction des travaux mis en œuvre, l'analyse

pourra porter sur l'ensemble des couches, dans le cas par exemple d'un rabotage en profondeur, ou bien uniquement sur la couche superficielle, dans le cas d'un rabotage surfacique.

7.2 Stratégie d'échantillonnage atmosphérique

Pour contrôler les niveaux de concentrations en fibres d'amiante dans l'air, il faut distinguer les mesures d'hygiène industrielle (exposition professionnelle) et les mesures d'exposition de la population générale (mesures environnementales), qui présentent des modalités de prélèvement spécifiques.

Lors des travaux de maintenance et de retrait de matériaux contenant de l'amiante, la stratégie d'échantillonnage, l'évaluation des niveaux d'empoussièrément et la surveillance des expositions professionnelles sont effectuées dans les conditions prévues par le Code du travail.

Le contrôle des niveaux d'empoussièrément en milieu de travail est effectué par un organisme accrédité pour la stratégie d'échantillonnage, le prélèvement et l'analyse.

La stratégie d'échantillonnage s'appuie sur les prescriptions de la norme ISO 16000-7 (2007) et son guide d'application AFNOR GA X 46-033 (2012). Ce dernier contient une annexe informative traitant des prélèvements en milieu extérieur.

Les **mesures individuelles** sur opérateurs permettent d'évaluer le niveau d'empoussièrément généré par les processus mis en œuvre sur les matériaux contenant de l'amiante, d'estimer une mesure d'exposition individuelle et de vérifier le respect de la VLEP_8 h.

Les modalités de prélèvements individuels sont décrites dans la norme XP X 43-269 d'avril 2012 (en cours de révision). Les prélèvements doivent être réalisés en situation représentative et significative. Les durées sont à adapter à la durée de la tâche, au niveau d'empoussièrément attendu et à l'objectif de mesurage à atteindre.

L'échantillonneur, constitué d'une cassette de prélèvement ouverte de 37 mm de diamètre, à trois ou quatre étages, est fixé dans la zone respiratoire, dans un périmètre de 30 cm maximum autour du nez et de la bouche du travailleur. Lors du port d'un masque à ventilation assistée, la cassette est placée du côté opposé à la valve expiratoire du masque. Cette cassette en matériau conducteur de l'électricité, munie d'une membrane en ester de cellulose de diamètre de pore 0,45 µm et d'un support secondaire de porosité supérieure, est utilisée pour prélever l'air à un débit de 3 L/min (± 10 % au cours du prélèvement).

Les **mesures environnementales** correspondent à des évaluations du niveau de concentration en fibres d'amiante dans l'air pour vérifier l'impact, en termes de libération de fibres, de l'état de dégradation de matériaux contenant de l'amiante en place. Elles permettent également de vérifier l'impact d'interventions sur des MPCA sur leur environnement et l'absence de dispersion de fibres en dehors d'une zone de travaux.

Les modalités de prélèvements sont décrites dans la norme NF X 43-050 (1996). Les prélèvements sont réalisés à point fixe pendant les périodes d'activité en utilisant un échantillonneur permettant de prélever au moins la fraction thoracique, à un débit de 5 ou 7 L/min (± 10 % au cours du prélèvement), pour des durées allant de 4 à 24 h.

Ces deux types de prélèvements sont ensuite traités de manière identique, conformément à la norme NF X 43-050 (1996). Les filtres sont traités par une méthode indirecte pour être évalués par META. Le résultat s'exprime en fibres d'amiante par litre (F/L) de longueur supérieure à 5 µm, de diamètre inférieur à 3 µm et de rapport d'allongement supérieur à 3 ($L > 5$ µm, $D < 3$ µm et $L/D > 3$).

En fonction de la nature des travaux, les objectifs de mesurage diffèrent entre la sous-section 3 et la sous-section 4. La brochure INRS ED 6171 détaille ces différents objectifs (INRS, 2014).

Enfin, le guide de prévention INRS ED 6142 traite notamment du programme de mesurage dans le cas de travaux en terrain amiantifère (INRS, 2013a).

8 Etude de l'émissivité des matériaux en particules minérales

8.1 Programme expérimental PIMAC

Ce programme expérimental est actuellement en cours de développement dans le cadre d'une convention entre la DGPR et le BRGM. Il a pour principal objectif de définir et de tester un protocole analytique permettant de contrôler la capacité d'un matériau naturel à libérer des particules fibreuses à partir du moment où il est soumis à des contraintes mécaniques entraînant son usure.

La méthodologie proposée est basée sur une usure artificielle des matériaux étudiés, la production d'une fraction de particules fines susceptible de contenir des fibres inhalables puis la récupération et l'analyse de cette fraction. Cette méthodologie a été définie de manière à pouvoir être mise 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 des opérateurs.

L'usure des matériaux est réalisée dans des jarres étanches en inox très proches de celles utilisées pour les essais d'usure de type Micro-Deval (norme NF EN 1097-1). Cet appareillage permet de provoquer des effets d'usure par frottement des éléments rocheux les uns contre les autres et donc la libération de « fines ».

Au terme de la phase d'usure, la jarre est déposée en position couchée sur un support adapté et laissée au repos de manière à permettre aux poussières les plus grossières de se déposer tout en maintenant la fraction la plus fine en suspension. A l'issue de cette phase de repos, un dispositif permettant d'injecter un volume d'air connu est branché au niveau du couvercle de la jarre. Un dispositif de pompage et de récupération des poussières est installé à l'autre extrémité de la jarre dans le but d'aspirer l'air injecté et les particules restées en suspension. A la fin du temps de pompage, le filtre est récupéré puis analysé par des laboratoires accrédités selon les normes en vigueur (normes XP X 43-269 et NF X 43-050).

8.2 Autres études

Addison *et al.* (1988) ont conduit une étude expérimentale consistant à évaluer l'émission de fibres d'amiante à partir de différents sols (sables, argiles et intermédiaires) mélangés à différentes concentrations (1 %, 0,1 %, 0,01 %, 0,001 % en masse) d'amiante de différentes espèces (amosite, crocidolite et chrysotile). Un générateur de poussière était utilisé dans une chambre d'empoussièrement soumise à un flux d'air compris entre 10 et 40 L/min. Des mesures de fibres dans l'air par MOCP (F/mL) ont été menées, les résultats étant rapportés à la concentration pondérale (mg/m^3)

Les résultats montrent qu'il est possible d'atteindre des concentrations supérieures à 20 F/mL et que même une teneur de 0,001 % en amiante dans un sol meuble et sec peut conduire à des concentrations en fibres d'amiante respirables supérieures à 0,1 F/mL. Le facteur principal contrôlant la concentration en amiante dans l'air est la teneur en amiante dans le sol, bien que la nature du sol et le type d'amiante aient une influence. Par exemple, un sol sableux meuble ou un sol contenant des amiantes amphiboles tendraient à produire des concentrations d'amiante plus élevées lorsqu'ils sont perturbés que des sols argileux ou des sols contenant du chrysotile. L'adjonction d'eau dans les sols réduit considérablement les concentrations d'amiante dans l'air.

Une technique visant à évaluer l'émissivité des matériaux et utilisant un séparateur à lit fluidisé (FBAS) est en cours de développement par l'US EPA (Januch, 2013). Le principe est basé sur l'élutriation. Un échantillon est placé dans un récipient. Un courant d'air circule au travers de ce

réceptif. Les particules d'amiante sont séparées de l'échantillon et collectées sur un filtre. Ce filtre est ensuite analysé en utilisant des techniques de microscopie, telles que la META. Des essais interlaboratoires sont en cours afin de valider cette méthode. A la différence du programme PIMAC, l'objectif de ce protocole n'est pas de simuler l'usure mécanique d'un matériau.

Rossana *et al.* (2009) décrivent la mise au point d'un test d'abrasion pour déterminer la teneur en amiante d'un échantillon. L'essai se rapproche du programme PIMAC cité précédemment car il utilise le mécanisme de l'action d'un cylindre rotatif. Toutefois, les analyses sont réalisées en MOCP. Afin de simplifier l'analyse en MOCP, la poudre générée par l'essai est récupérée, puis séparée en 3 classes granulométriques (petite, moyenne, grande) avant analyse.

Les auteurs concluent que la division en classes granulométriques a permis d'analyser un échantillon plus représentatif et a amélioré la qualité de la préparation d'échantillon. Ils relèvent que le point critique était l'analyse des petites classes granulométriques en MOCP et suggèrent d'utiliser la MEBA pour améliorer cette analyse.

9 Préparation et analyse des échantillons de matériaux et d'air

9.1 Préparation des échantillons de matériaux pour analyse

9.1.1 Prise d'essai

9.1.1.1 Prise d'essai des granulats

La définition des méthodes de prélèvement et d'échantillonnage est à la base de tout procédé analytique. Pour étudier les caractéristiques d'une masse importante de granulats, il est nécessaire de prélever un échantillon qui soit le plus représentatif de l'ensemble dont il est issu. Cet échantillonnage doit permettre d'acquérir des informations sur les caractéristiques de la masse globale des granulats étudiés, avec un niveau de fiabilité acceptable. Deux paramètres doivent être pris en considération, la reproductibilité de la prise d'échantillon et sa représentativité par rapport à la masse globale.

La norme NF P 11-300 définit une classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières. Parmi les paramètres permettant d'établir la classification des sols, le D_{max} , défini comme étant la dimension maximale des plus gros éléments contenus dans le sol, est utilisé pour apprécier la représentativité des essais de laboratoire. Ce paramètre est utilisé pour déterminer les prises d'essai minimales.

La norme NF EN 932-1 est relative aux essais mis en œuvre pour déterminer les propriétés générales des granulats. Cette norme est applicable à tous les granulats utilisés pour le génie civil (bétons, enrobés, enduits, etc.). Les méthodes d'échantillonnage sont décrites dans la première partie de cette norme. Pour un lot de granulat à analyser, la masse minimale à prélever (M) est fonction de la masse volumique en vrac et de la dimension maximale du granulat.

La règle générale est la suivante :

Masse minimale à prélever (Kg) = $6 \cdot q_b \cdot \sqrt{D_{max}}$ (mm), avec q_b = masse volumique en vrac.

Pour simplifier, en prenant en compte la masse volumique en vrac communément admise pour les différentes granulométries, le fascicule d'application des normes granulat (XP P 18-553) propose les quantités suivantes à prélever (cf. tableau 6):

Tableau 6 : Prise d'essai d'échantillons de granulats (d'après norme NF EN 932-1 et norme XP P 18-553)

D _{max} (mm)	Masse à prélever (Kg) selon la norme NF EN 932-1 (1996)	Masse à prélever (Kg) selon la norme NF P 18 – 553 (1978)
2	15	0,4
6,3	25	1,26
10	30	2
20	45	4
63	80	12,6

A titre de comparaison, on rappellera que la norme FD P 18-553 relative à la préparation d'un échantillon de granulats pour essai indiquait que la masse de l'échantillon devait être supérieure à $0,2 D_{max}$, selon la formule suivante :

$$M \text{ (Kg)} > 0,2 * D_{max} \text{ (mm)}$$

Les masses étant souvent importantes par rapport à l'essai à réaliser, l'échantillon prélevé peut être réduit par différentes méthodes, la plus utilisée reposant sur l'utilisation d'un diviseur à riffles.

9.1.1.2 Cas des chantiers routiers

Le guide d'aide à la caractérisation des enrobés routiers précise que les prises d'essai doivent être d'environ 500 mg par couche homogène de carotte extraite (dimension : 100 mm de diamètre) (USIRF/DGT/CNAMTS/FNTP/INRS/OPPBTP/GNMSTBTP, 2013). Ce guide a été établi pour la caractérisation des enrobés pouvant contenir de l'amiante, généralement du chrysotile, ajouté intentionnellement dans les couches de roulement et ce, jusque dans les années 95.

9.1.2 Préparation des échantillons massifs pour analyse des fibres

Les documents de référence disponibles pour préparer les **matériaux solides d'origine commerciale** en vue d'une recherche et de l'identification de fibres d'amiante sont les suivants :

- Guide HSG 248 - appendice 2 - 2005: Asbestos in bulk materials: sampling and identification by polarised light microscopy (PLM).
- NF ISO 22262-1 - Août 2012 : Qualité de l'air Matériaux solides - Partie 1 : Echantillonnage et dosage qualitatif de l'amiante dans les matériaux solides d'origine commerciale.
- NF ISO 22262-2 – Octobre 2014 : Qualité de l'air Matériaux solides - Partie 2 : Dosage quantitatif de l'amiante en utilisant les méthodes gravimétrique et microscopique.

Ces 3 documents donnent un certain nombre d'indications pour préparer les échantillons massifs selon la méthode d'analyse utilisée : Microscopie Optique à Lumière Polarisée (MOLP), MEBA ou META. La norme NF ISO 22262-2 spécifie les modes opératoires de quantification des fractions massiques d'amiante inférieures à 5 % en masse et est applicable aux échantillons susceptibles de contenir de l'amiante en faible quantité.

Le principe pour la préparation d'échantillons massifs est lié à leurs natures, aux possibles interférences dues aux autres constituants, à une présence en très faible concentration ou à une répartition trop inhomogène et à la méthode d'analyse utilisée. Plusieurs méthodes de préparation peuvent être combinées et comprennent plusieurs phases :

- 1^{ère} phase : examen visuel et examen sous un stéréo-microscope ou une loupe binoculaire pour décrire macroscopiquement les échantillons et préciser s'ils sont homogènes ou inhomogènes par couche, avec indication de la couleur, de la texture et du type de matériaux ;
- 2^{ème} phase : élimination de la matrice pouvant gêner l'identification ;
- 3^{ème} phase : isolement des fibres visibles par couche sous le stéréo-microscope ;
- 4^{ème} phase :
 - Si un type ou plusieurs types de fibres sont observés, l'indication est donnée pour chaque couche observée et l'identification est faite sous le MOLP sur la base de leurs différentes propriétés optiques comportant la morphologie, la couleur et le pléochroïsme, la biréfringence, l'angle d'extinction, le signe d'élongation et l'indice de réfraction (IR). Ce dernier est déterminé en utilisant une ou des liqueurs d'indice connues correspondant à la nature de la fibre observée ;
 - Si aucune fibre n'est observée, plusieurs échantillons sont préparés pour vérifier si des fibres sont encore enrobées ou recouvertes. Plusieurs sous-échantillons sont prélevés avec la possibilité de faire un broyage manuel et/ou un traitement chimique à l'acide acétique ou chlorhydrique et/ou par calcination dans un four à moufle à une température maximale de 480 °C pour libérer les fibres de la matrice pouvant interférer sur l'identification. Il est également possible de séparer certains matériaux tels que les

- agrégats de granulométrie élevée par sédimentation ou flottation. Après traitement, un montage des échantillons entre lames et lamelles, dans des liquides d'indice de réfraction connu est ensuite réalisé pour l'analyse au MOLP ;
- Si aucune fibre n'est observée, une préparation complémentaire est réalisée pour l'analyse en microscopie électronique.

La procédure de préparation des échantillons pour analyse en microscopie électronique est décrite ci-dessous :

- Pour le MEBA : si des fibres sont observées dans l'échantillon sous le stéréo-microscope, celles-ci sont placées directement ou après traitement des échantillons comme décrit plus haut, sur un porte échantillon MEBA en graphite ou sur une bande adhésive double face. Le montage des échantillons est réalisé par couche sur les portes échantillons MEBA.
- Pour le META : après traitement des échantillons comme précisé plus haut, la solution obtenue est soit filtrée sur une membrane en polycarbonate prémétallisée qui est transférée sur des grilles de META, soit déposée (une goutte) sur des grilles de META recouvertes de carbone.

Chaque méthode de préparation doit être validée selon le type de matériau en présence avec une quantité minimale requise pour effectuer la préparation. Le laboratoire devra déterminer sa limite de détection selon la méthode d'analyse utilisée. Pour un dosage quantitatif, la norme NF ISO 22262-2 précise la préparation pour une méthode gravimétrique. Le principe est de partir d'une masse connue de matériau et de lui appliquer une série de traitements pour éliminer les matières organiques par calcination et les constituants solubles dans l'acide par de l'acide chlorhydrique ou sulfurique, suivis d'une sédimentation dans certains cas pour séparer les fragments et les particules d'agrégats. A chaque étape du traitement, une pesée est réalisée. Dans les cas où les fractions massiques d'amiante sont faibles comme lorsqu'il est présent sous forme de contaminant naturel, la masse de départ devra être plus élevée pour garantir une réduction des effets des hétérogénéités de distribution de l'amiante dans le matériau d'origine.

Le GT rappelle que les méthodes listées dans ce paragraphe ont été développées pour l'analyse de matériaux solides d'origine commerciale. **Chaque laboratoire doit valider sa méthode de préparation selon la nature du matériau à traiter.**

9.2 Méthodes d'analyse des échantillons de matériaux et d'air utilisées en routine

9.2.1 Microscopie Optique à Contraste de Phase (MOCP)

La MOCP est utilisée pour l'analyse des prélèvements d'air dans la majorité des pays et jusqu'en 2012 en France. La méthode du filtre à membrane avec lecture en MOCP s'est progressivement imposée comme la méthode de référence pour les évaluations professionnelles des expositions. Les fibres comptées sont celles ayant les dimensions d'une fibre OMS.

Cette méthode simple d'emploi et peu coûteuse présente cependant un certain nombre de limites :

- Elle n'est pas spécifique de l'amiante car elle ne permet pas l'identification chimique ou cristallographique des fibres ;
- Les fibres les plus fines de diamètre inférieur à 0,2 µm ne sont pas visibles ;
- Les fragments de clivages ne sont pas distingués des fibres asbestiformes dès lors qu'ils ont les dimensions requises.

9.2.2 Microscopie Optique à Lumière Polarisée (MOLP)

La MOLP est utilisée pour l'analyse des matériaux. Le microscope polarisant est un instrument d'optique muni de 2 filtres spéciaux appelés polariseur et analyseur pour l'observation et

l'identification des minéraux. Il utilise pour cela les propriétés optiques des cristaux qui modifient les caractéristiques de la lumière qui les traversent.

Lorsque le polariseur et l'analyseur sont croisés, c'est-à-dire perpendiculaires l'un par rapport à l'autre, la lumière sortant du polariseur est arrêtée par l'analyseur : il y a extinction. Aucune lumière n'est visible dans l'oculaire. Lorsqu'un cristal est placé entre le polariseur et l'analyseur, ce cristal dévie la lumière polarisée issue du polariseur et modifie ses caractéristiques.

L'analyseur agit ensuite sur la lumière polarisée en modifiant les teintes, qui sont ainsi caractéristiques du cristal observé. Ces couleurs de polarisation servent de « signature » pour identifier les minéraux.

La méthode d'analyse par MOLP convient à l'analyse de tous les matériaux contenant de l'amiante couramment utilisés et permet, dans presque tous les cas de figure, de faire la distinction entre fibres d'amiante et fragments de minéraux de forme allongée ou d'autres minéraux. La caractérisation d'un minéral est effectuée sur la base des propriétés optiques et morphologiques propres à chaque minéral (HSE, 2006 ; NF ISO 22262-1) :

- De la morphologie ;
- De la couleur, pléochroïsme²² ;
- De la biréfringence ;
- Des caractéristiques d'extinction ;
- Du signe d'élongation ;
- Des indices de réfraction.

Cependant, il est parfois difficile de faire la distinction entre trémolite et actinolite, ou trémolite et anthophyllite. En pareil cas, il peut être nécessaire de poursuivre les analyses et de recourir à la microscopie électronique, à l'analyse par dispersion d'énergie des rayons X et/ou à la diffraction électronique, à la diffraction des rayons X ou encore à la spectroscopie infrarouge. En effet, la trémolite et l'actinolite présentent la même structure cristalline et ne se distinguent que par l'analyse chimique ; le fer est présent uniquement dans l'actinolite. La différenciation des fibres asbestiformes et des fragments de minéraux amphiboles lors de l'examen au microscope polarisant, est réalisée essentiellement sur la base des caractéristiques d'extinction, ainsi que des données de morphologie fibreuse.

La capacité de détection et d'identification de l'amiante de la MOLP est limitée par la résolution du microscope optique qui est de l'ordre de 1 µm, d'où l'impossibilité de détecter les fibres fines, et parfois par le masquage par d'autres matériaux constituant l'échantillon. Correctement appliquée, cette méthode permet cependant de détecter une fibre isolée dans quelques milligrammes de matériau dispersé. Dans la pratique, pour une fibre d'une longueur de 100 µm et d'un diamètre de 2 µm, la limite de détection est de l'ordre de 1 ppm en masse.

9.2.3 Microscopie électronique à balayage analytique (MEBA)

La MEBA peut dans une certaine limite être utilisée pour l'analyse des prélèvements d'air et de matériaux. Cette technique repose sur l'exploitation des interactions électrons-matière. En MEBA, un faisceau focalisé d'électrons accélérés par une tension de 0,5 à 30 kV balaie point par point et ligne après ligne la surface d'un échantillon. Diverses interactions entre les électrons incidents (primaires) et la matière génèrent ensuite différents signaux utilisés pour l'imagerie (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, cathodoluminescence) et pour la microanalyse chimique élémentaire (rayons X). Des détecteurs appropriés, tels que des détecteurs d'électrons spécifiques (secondaires, rétrodiffusés...) et des détecteurs de photons X, permettent de recueillir des signaux significatifs lors du balayage de la surface et d'en former diverses images significatives (images en contraste chimique ou topographique) et des spectres de microanalyse.

²² Le pléochroïsme est défini comme un changement de couleur de la fibre selon l'orientation de la lumière polarisée par rapport au plan de vibration de la fibre (HSE, 2006).

Les interactions entre le faisceau électronique incident et les atomes de la surface de l'échantillon génèrent des photons X, provenant d'une transition électronique au sein du nuage électronique des atomes. Chaque photon X possédant une énergie caractéristique peut alors être collecté par un détecteur dédié, son énergie (mesurée en eV) permettant d'identifier spécifiquement l'atome qui l'a émis. Chaque photon détecté est donc attribué et il est ainsi possible de procéder à une analyse chimique qualitative (voire semi-quantitative dans certains cas) localisée (μm^3) de la surface d'un échantillon. Les photons X de basse énergie ne sont pas (ou mal) détectés, l'analyse dispersive en énergie (EDX ou EDS²³) ne prenant pas en compte les éléments légers (H, He, Li, Be, B).

La technique MEBA peut être utilisée en complément de la MOLP dans le cadre de la recherche d'amiante dans les matériaux. Elle est également applicable dans certains pays pour la détermination des concentrations en nombre de particules fibreuses inorganiques dans l'air des lieux de travail, en complément de la MOCP. Cette méthode s'appuie sur les procédures du Verein Deutscher Ingenieure (VDI) 3492 et sur la norme ISO 14966:2002 mais n'est pas réglementaire en France compte tenu de sa résolution trop faible pour détecter les fibres fines et l'impossibilité d'accéder à la diffraction électronique.

L'identification des fibres porte sur l'aspect morphologique et l'analyse par rayons X en dispersion d'énergie. La classification d'une particule fibreuse est basée sur l'acquisition d'un spectre EDS et sur sa comparaison à des spectres de référence. La diffraction électronique n'étant pas accessible avec cette technique, la MEBA ne permet pas toujours une identification univoque.

Equipée d'un accessoire en électrons transmis, elle peut être utilisée en complément d'une analyse META pour observer des objets repérés sur la grille de microscopie et en acquérir une image en électrons secondaires pour l'obtention d'un contraste topographique.

9.2.4 Microscopie électronique à transmission analytique (META)

La META est utilisée pour l'analyse des prélèvements d'air et des matériaux. La META est proche, dans son principe, de la microscopie optique en lumière visible. Cependant, la longueur d'onde associée au faisceau d'électrons étant beaucoup plus faible ($< 5 \cdot 10^{-3}$ nm) que celle de la lumière visible, la résolution en microscopie électronique s'en trouve nettement améliorée. Cette technique repose sur l'interaction des électrons avec la matière et la détection des électrons ayant traversé l'échantillon (électrons transmis et électrons diffusés). La distinction entre les électrons transmis et les électrons diffusés permet de créer le contraste des images en META.

La META permet une analyse morphologique, structurale et chimique d'échantillons solides à l'échelle atomique. Elle est ainsi considérée comme la technique la plus fiable pour l'analyse de l'amiante en raison de son pouvoir de résolution très élevé, de la possibilité d'obtenir une information en diffraction d'électrons et pour ses possibilités d'identifications chimiques (Walton, 1982 ; Santee et Lott, 2003).

En France, cette technique est utilisée pour le dénombrement de fibres d'amiante dans l'air et pour la recherche d'amiante dans les matériaux quand la MOLP ne suffit pas.

Par comparaison à la MEBA, l'observation de filtres ou de matériaux nécessite diverses étapes de préparations permettant le dépôt de particules sur des grilles de microscopies.

La META permet de déterminer la nature et les dimensions des fibres dans l'air ou les matériaux mais pas toujours de différencier leur faciès, asbestiforme ou non asbestiforme, pour un même minéral amphibole. En effet, une micrographie META n'est qu'une projection dans le plan issue des interactions entre l'échantillon et les électrons qui l'ont traversé. La nature tridimensionnelle

²³ Energy dispersive X-ray spectrometry. Analyse en énergie dispersive.

d'une particule n'est que partiellement accessible, sous réserve que le porte-échantillon puisse opérer une rotation (porte-échantillon « double-tilt »), qui restera néanmoins limitée à quelques dizaines de degrés. L'information sur la morphologie réelle d'une particule peut être obtenue ensuite avec un MEBA haute-résolution (MEBA FEG ou FESEM). Une autre alternative peut être l'utilisation d'un STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy - Microscope Electronique à Balayage et à Transmission, MEBT) haute résolution.

S'agissant de la micro-analyse, qui peut être effectuée notamment à l'aide d'un spectromètre dispersif en énergie de rayons X (système EDS ou EDX) associé au META, il est à noter que les résultats obtenus peuvent être sensiblement affectés par divers paramètres : qualité du détecteur, temps de collection des photons, orientation relative de la particule par rapport au détecteur, orientation de la particule par rapport aux barreaux de cuivre de la grille de microscopie, orientation par rapport à d'autres particules et épaisseur de la particule. Pour minimiser ces biais, il est impératif de préserver et maintenir le détecteur dans la meilleure configuration possible et de comparer les spectres des particules inconnues à des spectres de références acquis dans les mêmes conditions. Même en prenant toutes ces précautions, l'analyse EDX est à considérer comme une analyse semi-quantitative en raison d'un rapport signal/bruit généralement élevé, de sa faible résolution en énergie (chevauchements de pics), de la présence d'un signal X émis par la grille de cuivre (voire de pièces du META), de la différence d'épaisseur de l'échantillon par rapport à la référence et de son incapacité à détecter les éléments légers.

Le tableau 7 présente un résumé des principales caractéristiques des méthodes d'analyse des échantillons de matériaux et d'air utilisées en routine.

Tableau 7 : Tableau récapitulatif des méthodes d'analyse de routine²⁴

Méthode	Matrice	Résolution (µm)	Dimensions des objets comptés			Limite de détection	Commentaires	Protocoles
			Longueur (µm)	Diamètre (µm)	Ratio L/D			
MOCP (x 400)	Air	> 0,2	> 5 ou ≥ 5	Non mentionné ou < 3	≥ 3	7 F/mm ² (soit environ 0,05 structure/mL)	Impossibilité de déterminer la nature des fibres.	NIOSH 7400, XP X 43-269, IRSST 243
MOLP (x 100 – 400)	Matériaux	> 1	-	-	≥ 3	0,25 à 1 %	Identification des minéraux, différenciation amiante-non amiante possible avec caractérisation minéralogique appropriée (indice de réfraction et propriétés optiques).	NIOSH 9002, CARB 435, EPA/600/R-93/116, SRC-LIBBY-03, NF ISO 22262-1, HSG 248, IRSST 244
MEBA (x 50 – 2000) (EDX)	Air, matériaux	> 0,2	> 5	Non mentionné ou < 3	≥ 3 ²⁵	Air : fonction du volume d'air prélevé, de la surface de filtre, du facteur de dilution et du nombre d'objets comptés.	Identification sur la morphologie et la chimie. différenciation amiante-non amiante possible mais pas univoque, surtout pour les particules fines.	SRC-LIBBY-02, ISO 14966 : 2002, VDI - 3492 : 2013, NF ISO 22262-1
META (SAED / EDX) (x10 000 à 20 000, voire plus)	Air, Matériaux	> 0,010	≥ 0,5 ou ≥ 5	Non mentionné, Ou < 3 Ou ≥ 0,2 (équivalent MOCP)	≥ 3 ou ≥ 5	Matériaux : fonction de la surface échantillonnée, du nombre d'objets comptabilisés, et du facteur de dilution.	Détermination de la composition chimique élémentaire. Caractérisation de la structure cristalline. Distinction entre amiante et non-amiante possible, mais pas toujours univoque sur la base de la morphologie. Nombreuses procédures : mode de préparation et critères de comptage parfois différents.	ISO 10312, ISO 13794, NF X 43-050, EPA/540/290/005a, AHERA, ASTM 5755-95, NIOSH 7402, Yamate ²⁶ , NF ISO 22262-1

²⁴ http://www.epa.gov/superfund/asbestos/compendium/download/site_characterization/analysis_asbestos_air_dust.pdf

http://www.epa.gov/superfund/asbestos/compendium/download/site_characterization/analysis_asbestos_soil_bulk.pdf

²⁵ Protocole SRC-LIBBY-02 : le ratio peut être < 3 pour les particules clairement fibreuses. Classement en 3 types (LA, OA et C).

²⁶ International Standard ISO 10312, Ambient Air – Determination of Asbestos Fibres – Direct-transfer transmission electron microscopy method, First Edition 1995-05-01.

9.2.5 Microsonde électronique

La méthode par microsonde électronique est utilisée en routine en géologie. Le principe d'analyse repose sur la détection de rayons X émis par les atomes de l'échantillon dans un volume d'environ $1 \mu\text{m}^3$ soumis au bombardement d'un faisceau d'électrons présentant une tension de plusieurs centaines d'eV à 50 keV. L'accélération des électrons a lieu entre le wehnelt (grille de commande d'un tube cathodique qui permet de faire varier l'intensité du faisceau d'électrons) et l'anode. Le courant de faisceau des électrons est régulé de manière à être le plus stable possible dans le temps d'analyse (amélioration notable de la précision analytique). Les rayons X sont détectés par trois à cinq spectromètres à dispersion de longueur d'onde (WDS).

La microsonde électronique permet d'obtenir des données quantitatives (titres massiques) et qualitatives (spectres). La résolution en imagerie est de l'ordre d'une dizaine de nanomètres et en micro-analyses, elle est de l'ordre du μm^3 .

9.3 Exercice d'intercomparaison pour l'identification de fibres d'amiante actinolite

Devant le problème récurrent de l'identification formelle de fibres d'amiante actinolite dans des échantillons de matériaux (enrobés et granulats) ou d'air posé par des maîtres d'ouvrage ou des entreprises aux laboratoires accrédités et face au constat de l'existence de résultats parfois contradictoires entre ces derniers, la question de la pertinence des moyens analytiques utilisés aujourd'hui en France et appelés dans la réglementation (arrêté du 6 mars 2003 ; arrêté du 19 août 2011 ; arrêté du 14 août 2012) s'est posée.

C'est ainsi que le LEPI de la Ville de Paris, participant au groupe de travail technique informel sur la caractérisation de l'amiante dans les matériaux de carrière, réunissant la DGPR, la DGT, la DGS, l'INRS, le BRGM, l'Ineris, et le Laboratoire d'Essai des Matériaux (LEM) de la Direction de la Voirie et des Déplacements de la Ville de Paris, a proposé d'organiser un exercice d'intercomparaison pour l'identification de fibres d'amiante actinolite. Cet exercice a eu lieu entre 2014 et 2015.

Son objectif était de vérifier si, entre 14 lecteurs expérimentés, provenant de quatre structures différentes, et en appliquant les règles de la norme NF X 43-050, une convergence se dessinait ou bien si au contraire les résultats divergeaient sur la question de la présence d'actinolite et de la forme des objets rencontrés : fibres d'amiante (comme définies dans la norme NF X 43-050) ou fragments de clivage.

Une sélection de 50 objets PMA (ayant par définition un rapport d'allongement supérieur à 3) issus en majeure partie d'échantillons de chaussée, a été présentée à chaque lecteur, à partir de 50 planches constituées chacune d'une micrographie META, d'un spectre EDX et d'un tableau reprenant la composition chimique en éléments majeurs (SiO_2 , FeO, MgO, CaO, Al_2O_3 , et MnO). Pour chacun des objets, les caractéristiques de diffraction électronique qualitative d'amphibole étaient vérifiées (clichés non fournis).

L'identification des 50 objets se déclinait en deux sous-questions :

- Leur morphologie : fibre d'amiante (comme définie dans la norme NF X 43-050) ou fragment de clivage ?
- Leur composition chimique : actinolite ou non ?

Chaque lecteur était invité à donner ses commentaires sur chaque objet, notamment le niveau de certitude associé à chacune de ses réponses.

Enfin, dans la mesure du possible, l'exercice était à reproduire à au moins un mois d'intervalle afin de tester la répétabilité de chacun.

Au total, ce sont 14 lectures et 7 relectures qui ont été effectuées.

Les résultats ont été présentés au GT de l'Anses le 12 mai 2015 et discutés par une partie du groupe de lecteurs le 24 juin 2015 à l'Anses.

Dans les limites de l'exercice, dont le fait notamment qu'il ait été réalisé sur planches (clichés de META et spectres chimiques enregistrés) et non pas avec un microscope (ceci ne permettant pas l'observation d'un ensemble d'objets), les enseignements sont les suivants :

- Le jugement sur la composition chimique est relativement peu discriminant. Trois lecteurs classent les 50 objets comme actinolite par exemple, quand les 11 autres sont plus sélectifs dans les intervalles de variation de chaque composé. Il est difficile de trouver un consensus sur ce paramètre de chimie.
- Si les seuls critères morphologiques sont pris en compte pour statuer et distinguer entre fibre d'amiante (comme définie dans la norme NF X 43-050) ou fragment de clivage (bords parallèles, extrémités, longueur, largeur, rapport d'allongement, etc) indépendamment de la chimie, un consensus parfait est observé dans 16 cas sur 50 (soit 32 %). Dans les cas où un seul lecteur diverge du jugement des autres, l'accord existe pour 26 objets sur 50 (soit 52 % des cas). Ainsi, pour 24 objets, le doute n'est pas complètement levé.
- Si les 50 objets sont placés sur un diagramme en fonction de leurs dimensions, Longueur (L) et Diamètre (D), ceux identifiés par consensus comme étant des fibres et ceux comme étant des fragments de clivage se répartissent à quelques exceptions près de part et d'autres de la droite de pente 10. Ainsi, les objets considérés de manière quasi-unanime par les lecteurs comme des fibres d'amiante (comme définie dans la norme NF X 43-050) ont un rapport d'allongement supérieur ou égal à 10.

Cet exercice nécessite d'être approfondi par le groupe afin d'interpréter en détail les raisons des divergences constatées et d'en dégager des conclusions utiles pour juger de l'utilisation actuelle de la norme NF X 43-050 telle que dans la caractérisation de PMA.

Une extension de l'intercomparaison à plus d'objets, et notamment des PMA prélevées dans l'air, devrait être envisagée.

D'ores et déjà, certaines recommandations peuvent être formulées :

- S'assurer de la compétence des opérateurs pour l'analyse de ce type d'échantillons naturels ;
- Augmenter le temps d'analyse par échantillon par rapport à un échantillon classique du bâtiment avec présence de fibres d'amiante ajoutées intentionnellement ;
- Prévoir un consensus entre lecteurs d'un même laboratoire pour conclure en cas de difficultés ;
- Réaliser des essais inter-laboratoires pour valider la méthode de discrimination entre fibres et fragments de clivage avec des règles plus précises sur la morphologie ;
- Améliorer la base de référence sur la composition chimique de l'actinolite en analysant des échantillons de plusieurs provenances afin de déterminer des bornes aux intervalles de variation des teneurs relatives en composés chimiques majeurs.

9.4 Techniques complémentaires

D'autres techniques sont décrites dans la littérature, mais ne sont pas appliquées en routine et n'ont pas fait l'objet de normalisation pour l'analyse de fibres d'amiante. Elles nécessitent des équipements et des compétences supplémentaires.

Méthodes de diffractions (des rayons X ou des électrons) : lorsqu'une particule d'amphibole est en rotation autour de son axe c, son cliché de diffraction reste identique si c'est une fibre mais il change, si c'est un monocristal. Typiquement, les fragments de clivage d'amphiboles se présentent préférentiellement selon le plan (110), tandis que les fibres s'aplatissent selon le plan (100).

Technique de "spindle stage" (platine à aiguille) : associée à la MOLP, elle peut être utilisée pour déterminer si des fibres individuelles ou des faisceaux sont polycristallins ou sont des fragments de clivage. Cet accessoire ajouté à un MOLP permet de faire tourner une particule autour d'un axe horizontal par rapport au plan de la platine du microscope. Cette technique n'est pas applicable en routine. Toutefois, elle peut s'avérer utile pour les études nécessitant la

caractérisation optique détaillée d'espèces minérales. Elle permet une caractérisation morphologique et optique de cristaux ou d'agrégats simples, qui peut être approfondie ensuite sur les mêmes objets en diffraction des rayons X (DRX) ou diffraction des électrons.

Cette technique est limitée aux objets de taille supérieure à 1 µm et nécessite d'isoler les objets individuellement pour les observer. Lorsqu'une particule est disposée sur la platine, il est possible de mesurer son épaisseur, sa longueur et son diamètre et calculer ainsi son volume. Les angles d'extinction de la particule peuvent également être mesurés en fonction de son orientation.

Plusieurs auteurs ont utilisé cette technique :

Sanchez *et al.* (2008) ont étudié les caractéristiques optiques d'échantillons de trémolite de morphologies différentes. L'étude a révélé que les fibres de faible diamètre, résultant de la croissance des cristaux plutôt que de clivage, présentent des angles d'extinction proches de zéro, similaires aux résultats rapportés par Verkouteren et Wylie (2002), et distincts pour les particules plus larges, dont l'angle est supérieur à 10 degrés.

Brown et Gunter (2003) ont étudié les propriétés morphologiques et optiques de 3 amphiboles : de la « trémolite non amiante », un « standard de trémolite du NIST²⁷ » et un « échantillon d'amphiboles de Libby (LA) ». En se basant sur les critères de comptage de l'OMS, 95 % des LA, 92 % de trémolite du NIST et 48 % de « trémolite non amiante » étaient identifiés comme de « l'amiante ». En utilisant les données morphologiques associées aux mesures optiques, ces pourcentages deviennent respectivement 36 %, 19 % et 0 %²⁸.

Bandli *et al.* (2003) ont examiné des cristaux de LA, à l'aide de trois méthodes analytiques, à savoir des mesures optiques et morphologiques effectuées avec une platine à aiguille, un affinement des paramètres de maille sur monocristal par diffraction des rayons X, et une analyse chimique par microsonde électronique. Les onze échantillons présentaient une continuité en termes de morphologie et de propriétés d'un monocristal allant de fragments de clivage monocristallins trapus à des faisceaux allongés de fibres. Ces échantillons étaient classés en winchite. Des covariances parmi plusieurs propriétés ont été notées par ces auteurs. Ainsi, l'indice de réfraction et la biréfringence dépendent de la teneur en Mg ; la biréfringence et la morphologie semblent également corrélées. Les particules ayant une biréfringence élevée et un « rapport largeur sur épaisseur » élevé ont tendance à être des monocristaux (fragments de clivage), tandis que les échantillons ayant une faible biréfringence et un faible « rapport largeur sur épaisseur » seraient plutôt polycristallins (fibres).

Harper *et al.* (2015) ont également combiné la technique « spindle stage », en complément de la diffraction des rayons X et de la diffraction électronique, pour caractériser un échantillon de trémolite en vue de l'utiliser comme standard analytique. La longueur, la largeur, l'épaisseur, et l'angle d'extinction sur la largeur et l'épaisseur ont été obtenus pour chaque particule mesurée. Le type de particules a également été comptabilisé sur la base de la morphologie soit comme « fragment » ou « faisceau de fibres » ; dans ce cas, « fragment » se réfère à une particule qui est un cristal unique et « faisceau de fibres » concerne une particule polyfilamenteuse. Bien que tous les faisceaux de fibres observés soient asbestiformes, les monocristaux peuvent être de larges fibrilles asbestiformes individuelles, ou des monocristaux non asbestiforme prismatiques, ou des fragments de clivage dérivés de gros cristaux. La combinaison de l'ensemble des techniques analytiques utilisées indique que 90 % de fibres de trémolite sont des « fibres d'amiante ».

²⁷ National Institute of Standards and Technology.

²⁸ Cet échantillon, qui ne serait constitué que de fragments de clivage, provient de la collection personnelle des auteurs. Cet article indique également que dans la mine de Libby, il y a co-existence de fragments de clivage et de fibres d'amiante, tout comme dans le standard du NIST.

Spectroscopie Mössbauer : en spectroscopie d'absorption Mössbauer, un détecteur mesure la quantité de rayonnement qu'un échantillon solide absorbe lorsqu'il est exposé à un faisceau de rayonnements gamma par mesure de l'intensité du faisceau après qu'il a traversé l'échantillon. Cette technique donne des informations précises sur la chimie, la structure, et le magnétisme de certains matériaux. Cependant, elle ne peut être appliquée qu'aux isotopes élémentaires spécifiques ; les plus utilisés étant ^{57}Fe , ^{129}I , ^{119}Sn et ^{121}Sb .

Des études sur les amphiboles ont été menées par spectroscopie Mössbauer car le fer a été impliqué dans la pathogénicité des fibres inhalées. Par exemple, Gianfagna *et al.* (2007) ont mesuré des ratios $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe Total}$ entre des fluoro-édenites asbestiformes et non asbestiformes de Biancavilla en Italie. Les différences observées dans la teneur totale en fer et dans la répartition des sites d'occupation ont été attribuées à une genèse différente entre les minéraux fibreux et les minéraux prismatiques. L'ion ferreux a en outre été rapporté pour être plus réactif que l'ion ferrique dans certains milieux biologiques (par exemple les poumons) (Gianfagna *et al.* 2007). Ainsi, le pourcentage en fer total, le $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe total}$ et les sites occupés par les ions ferriques et ferreux dans les amphiboles peuvent potentiellement affecter la chimie de surface et les réactions de la fibre avec le tissu pulmonaire, sachant que ces réactions moléculaires et ces distinctions doivent encore être déterminées précisément.

En complément d'analyses par microsonde électronique et diffraction des rayons X sur monocristal, Gunter *et al.* (2003) ont utilisé la spectroscopie Mössbauer afin d'étudier également les ratios $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe Total}$ et les sites d'occupation du fer dans des échantillons de LA. Cette étude, purement cristallographique, indique qu'il n'existe pas de différence de composition chimique entre les fragments et les fibres d'un même minéral amphibole. La spectroscopie Mössbauer du ^{57}Fe permet d'affiner la classification des amphiboles étudiées, dont les compositions dominantes vont de la winchite à la richterite.

L'affinement de structure par diffraction des rayons X sur monocristal a donc été également utilisé par Gunter *et al.* (2003) mais cette étude n'est pas spécifique des fragments de clivage. Dorling et Zussman (1987) rapportent néanmoins que cette technique a permis de caractériser des spécimens de byssolite²⁹, qualifiés de particules aciculaires par l'auteur. Leurs diffractogrammes s'apparentent à ceux de monocristaux, ce qui n'est pas le cas des fibres d'amiante de même épaisseur (130 à 15 μm en diamètre) constituées d'un ensemble de fibrilles.

Spectroscopie infra-rouge :

Dans les conditions normales de température et de pression, les atomes et groupements fonctionnels constituant la matière sont animés de mouvements vibratoires. Si ces constituants sont exposés à un rayonnement électromagnétique dont la fréquence est proche de celle de l'une ou l'autre de leurs vibrations propres, ils entrent en résonance, puisant pour cela de l'énergie dans le faisceau incident. Il y a alors absorption d'énergie. La spectroscopie infra-rouge permet d'obtenir des renseignements sur la nature des phases étudiées et la disposition des groupements fonctionnels qui la composent. Tous les amiantes ont comme caractéristique commune d'être des silicates de magnésium et/ou de fer hydratés. L'ensemble des vibreurs exploitables est donc assez voisin d'une espèce à l'autre, ce qui implique des analyses minutieuses. En outre, cette technique est confrontée à différentes interférences qui en limitent ses performances. Parmi celles-ci, on peut citer le talc et les chlorites. L'analyse rigoureuse repose enfin sur un étalonnage par des minéraux de référence. Ses limites de détection demeurent élevées et aucune étude n'a à ce jour exploité cette technique dans le but de distinguer les amiantes des fragments de clivage.

²⁹Dans la littérature, ce terme ancien est utilisé par les minéralogistes pour désigner l'actinolite-amiante.

Spectroscopie Raman :

Bien que peu utilisée pour la caractérisation des amiantes, il a été montré que la micro-spectroscopie Raman est une autre spectroscopie vibrationnelle pouvant permettre de faire la distinction entre les six variétés réglementaires (Bard *et al.* 1997). C'est une technique de diffusion de la lumière interagissant de manière inélastique avec les modes vibrationnels. Elle est utilisée pour étudier les modes de vibration et de rotation moléculaires, très sensibles à la variabilité de structure et en particulier aux substitutions chimiques, fréquentes dans les amphiboles, par exemple. En outre, elle ne requiert pas de préparation particulière de l'échantillon. Cependant, les travaux de Bard *et al.* (1997) indiquent qu'aucune dissemblance marquée n'existe entre les fibres d'amiante et leurs homologues non asbestiformes, à l'exception de minces différences dans la région des vibrations d'élongation des groupements hydroxyles ($3500 \text{ cm}^{-1} - 3800 \text{ cm}^{-1}$). Enfin, bien que présentant une meilleure résolution que la spectroscopie infra-rouge, la résolution spatiale en micro-spectroscopie Raman est d'environ $1 \mu\text{m}$.

Microscopie électronique à balayage analytique – Diffraction d'électrons rétrodiffusés (MEBA-EBSD) :

Plus récemment, Bandli et Gunter (2012, 2014), ont montré qu'il est possible de collecter des informations de composition et de structure pour identifier une phase inconnue en utilisant un MEBA équipé d'un spectromètre à rayons dispersif en énergie (EDS) et d'un système de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBS). Cette technique pourrait avoir des applications importantes dans l'identification de la matière particulaire inhalable. La préparation des échantillons (hors échantillons polis) ainsi que les informations obtenues sont collectées plus rapidement et sont plus facilement interprétables que dans le cas de la diffraction des électrons en aire sélectionnée (SAED) en utilisant un META. Alors qu'un cliché de diffraction électronique en aire sélectionnée ne contient les informations que d'un axe de zone, le diagramme EBSD contient les informations de plusieurs axes de zones et plans réticulaires. Habituellement, cette technique est utilisée sur des échantillons polis. Bandli et Gunter (2012, 2014) la mettent en œuvre en écrasant simplement les grains de minéraux, puis en mettant en suspension la poudre dans un liquide et en la dispersant sur un substrat approprié. L'analyse de particules inhalables ($< 100 \mu\text{m}$) collectées sur une membrane en polycarbonate est également réalisable, tout comme l'analyse de grilles de microscopie pour une analyse EBSD en transmission (Bandli et Gunter, 2014). Il est possible de déterminer les dimensions de la maille unitaire et le groupe d'espace à partir d'un seul cliché. Pour la discrimination de phases, la composition chimique et la mesure d'angles sont utilisés pour comparaison à une base de données (à l'identique de ce qui est fait en DRX). Ce processus d'indexation peut être manuel ou entièrement automatisé.

Les auteurs ont notamment étudié 3 morphologies différentes de trémolite : amiante, aciculaire et massive. Ils ont montré une différence qualitative entre les formes amiantes et les formes massives. Il n'a cependant pas été possible, à partir de l'analyse d'une particule isolée, de déterminer son origine amiante ou massive. Enfin, la résolution spatiale de cette technique demeure inférieure à celle de la SAED en META et il n'est pas possible de discriminer le chrysotile de l'anthophyllite. D'après Bandli et Gunter (2014), cette technique, encore exploratoire, peut être utilisée en complément de la META.

Microscopie électronique à balayage à effet de champ (FESEM – Field emission scanning electron microscopy) :

Le développement de la microscopie électronique à balayage à effet de champ à haute résolution (FESEM en anglais) permet d'améliorer la technique de la microscopie électronique à balayage et d'aller au-delà des observations réalisées en META, lesquelles sont limitées à des images projetées en 2 dimensions. Cette technique a été décrite par l'équipe du R.J. Lee Group (Harris *et al.* 2007 ; Lee *et al.* 2009 ; Strohmeier *et al.* 2010) dans le but de caractériser les particules d'amphiboles de Libby.

Le protocole élaboré consiste à réaliser une caractérisation morphologique, cristallographique, et chimique de chaque particule en META/SAED/EDS, puis à effectuer des clichés secondaires en FESEM de chaque particule dans leur ensemble, de leurs deux extrémités et de leur surface. Des clichés en paires stéréo sont également pris pour fournir des appréciations de la profondeur qui ne peuvent pas être obtenues à partir d'une seule image en électrons secondaires (Lee *et al.* 2009)

L'apport de la FESEM réside dans la possibilité de visualiser la particule entière et à un niveau de détail en 3 dimensions permettant d'accéder à des caractéristiques invisibles en META : topographie de la particule, rugosité de surface, plans de clivage, terminaisons étagées ou franches, parallélisme des bords.

Dans l'étude de Harris *et al.* (2007), plus de 3 700 amphiboles ont été examinées selon ce protocole. Les fragments de clivage montrent des faces de cristaux exprimées, des surfaces rugueuses et des rapports d'allongement faibles. Les fibres asbestiformes ont des rapports d'allongement élevés, des surfaces lisses, des bords parallèles et pas de faces de cristaux visibles. La visibilité et la résolution de l'image en FESEM sont adaptées pour caractériser des particules minérales longues et fines (diamètre > 0,01 µm). Cette technique utilisée en complément de la META est intéressante pour affiner la caractérisation des amphiboles.

En conclusion, ce paragraphe corrobore le fait qu'une seule technique analytique permet difficilement de conclure et que les auteurs utilisent généralement une combinaison de techniques analytiques. Ces techniques sont difficilement utilisables en routine car elles nécessitent des compétences et des équipements particuliers et les temps d'analyse sont conséquents.

9.5 Synthèse de la revue de la littérature sur d'autres critères à prendre en compte pour l'analyse discriminatoire des fragments de clivage

9.5.1 Méthodologie

Les études ont été identifiées à partir de la synthèse réalisée par le NIOSH en 2011 sur l'amiante et les PMA et d'une recherche sur les bases de données Pubmed et Scopus à partir des mots clefs suivants : « amphibole », « nonasbestiform », « cleavage fragment », « elongated mineral particle », « elongated fiber », « microscopy electron transmission », « microscopy electron scanning » (revue des données disponibles jusqu'en juin 2015).

Une recherche a également été effectuée à partir des noms des espèces d'amphiboles ou des familles d'amphiboles ciblées dans ces travaux.

Le GT s'est attaché à relire l'ensemble des études identifiées grâce à une grille de lecture renseignant les éléments relatifs à l'origine des fibres (secteurs, milieux analysés), à la description des fibres, aux données métrologiques : protocole(s) de prélèvement, traitement de l'échantillon, technique analytique, critères de comptage, prise en compte de paramètres pour la discrimination des fragments de clivage.

Du fait des techniques analytiques généralement mises en œuvre, à savoir des techniques microscopiques, les critères dimensionnels, notamment le diamètre et le rapport d'allongement, ont plus particulièrement été étudiés comme critères discriminatoires. Toutefois, d'autres critères basés sur les propriétés cristallographiques des minéraux ont été étudiés, notamment leur comportement en MOLP.

La plupart des études recensées concerne l'analyse d'échantillons de matériaux et la caractérisation de l'échantillon est réalisée sur la base d'une population de fibres.

9.5.2 Critères dimensionnels

L'identification de fibres d'amiante à des fins réglementaires dans un matériau ou dans un échantillon d'air, quelle que soit la méthode analytique utilisée (MOCP, MOLP, META, MEBA) repose en premier lieu sur des règles de comptage établies à partir de certains critères dimensionnels. Les critères dimensionnels généralement retenus sont les suivants (cf. chapitre 2 et annexe 4) :

- Longueur supérieure à 5 μm ($L > 5 \mu\text{m}$) ;
- Rapport d'allongement supérieur à 3 ou 5 ($L/D > 3$ ou $L/D > 5$) ;
- Diamètre inférieur à 3 μm ($D < 3 \mu\text{m}$). Selon les organismes, ce critère n'est pas toujours défini.

Ces règles de comptages sont historiques et ont été établies par rapport aux limites de résolution analytiques de la MOCP utilisée en hygiène industrielle qui a été la première méthode réglementée et n'ont aucune signification minéralogique (Campbell *et al.* 1977 ; Wylie et Candela, 2015).

Ces règles conduisent, sans autre considération analytique (morphologie, cristallographie, etc.), à comptabiliser comme fibres d'amiante, des fragments de clivage, si ceux-ci possèdent les caractéristiques dimensionnelles évoquées ci-dessus.

Différents auteurs se sont intéressés à la caractérisation dimensionnelle des populations d'amphiboles amiantes et des populations de fragments de clivage d'amphiboles, afin d'identifier si ces deux populations pouvaient être distinguées par certaines caractéristiques dimensionnelles.

9.5.2.1 Diamètre et rapport d'allongement

Campbell *et al.* (1977) présentent des distributions en fréquence des rapports d'allongement d'échantillons de matériaux antophyllite, antophyllite-amiante, trémolite et trémolite-amiante broyés puis analysés en META (X 5 000 à X 10 000). Soixante-dix pour cent des particules non amiantes ont des rapports d'allongement inférieur à 3 et 95 % ont un rapport d'allongement inférieur à 5, tandis que 30 à 40 % des particules d'antophyllite-amiante ou de trémolite-amiante ont des rapports d'allongement supérieurs à 10. Ainsi, Campbell *et al.* (1977) suggèrent que la présence de la variété asbestiforme d'un minéral soit évaluée par rapport à la distribution en fréquence du rapport d'allongement (L/D). Toutefois pour ces auteurs, une caractérisation morphologique seule ne permet pas d'identifier un minéral sans données complémentaires de chimie et de cristallographie (Campbell *et al.* 1977).

Wylie *et al.* (1985) ont montré, à partir d'analyses en MEBA/EDS d'échantillons d'air provenant de deux sites industriels utilisant de l'amosite (grunérite-amiante) et d'échantillons d'air prélevés dans 3 mines dont les amphiboles sont les principaux constituants des roches exploitées (cummingtonite³⁰, grunérite, hornblende et actinolite), que les fragments de clivage sont plus larges et plus courts que les fibres d'amiante. Soixante pour cent des fragments de clivage ont une longueur inférieure à 5 μm , 93 % ont un rapport d'allongement inférieur à 10 et 80 % ont un diamètre supérieur à 0,6 μm . Le rapport d'allongement des fibres d'amiante est supérieur à celui des amphiboles non asbestiformes. L'étude montre qu'il existe un chevauchement entre les dimensions des fibres d'amiante et les fragments de clivage. Toutefois, l'auteur souligne qu'en prenant une longueur supérieure ou égale à 5 μm , et un rapport d'allongement supérieur ou égal à 20, la plupart des fragments de clivage seraient exclus alors que 50 % des amphiboles de grunérite-amiante dans l'air seraient comptabilisées.

Le recensement de caractéristiques dimensionnelles des amphiboles amiantes et non amiantes réalisé par Wylie *et al.* (1993) au travers d'une revue de la littérature souligne que les amphiboles amiantes ont des diamètres moyens inférieurs à 0,5 μm alors que les amphiboles non amiantes ont un diamètre généralement supérieur à 0,5 μm . Soixante-dix-huit à 99 % des amphiboles non

³⁰ Amphibole ferromagnésienne monoclinique. Elle constitue une solution solide avec la grunérite, la cummingtonite correspondant au pôle purement magnésien et la grunérite au pôle purement ferreux.

amiante dans l'air ont un diamètre supérieur à 1 µm. Dans les matériaux cette proportion varie de 50 à 91 %.

Dans la revue de Gamble et Gibbs (2008), la majorité des fibres d'amiante aéroportées a des diamètres inférieurs à 0,25 µm alors qu'un très faible pourcentage de fibres non asbestiformes a un diamètre inférieur à 0,25 µm.

Bellamy et Gunter (2008) ont déterminé la morphologie et les dimensions (L, D et L/D) de 2 400 particules sur des échantillons provenant du lot d'amphiboles «Libby six-mix » (LA) de l'USGS³¹ : 1 200 particules de diamètre supérieur à 1 µm ont été analysées en MOLP et 1 200 particules de diamètre inférieur à 1 µm en FESEM.

Les particules ont été distinguées suivant deux méthodes :

- Classées « fibre » ou « fragment » suivant leur morphologie (critères non précisés) ;
- Classées en fonction de sept valeurs de rapports d'allongement (d'inférieur à 3 à supérieur à 100) et classées « fibres » si le rapport d'allongement était supérieur à 3.

En considérant un rapport d'allongement supérieur à 3 pour classer les objets, 99 % sont considérés comme des fibres. En se basant sur des critères morphologiques (non précisés dans la publication), 34 % des objets sont des fibres, 46 % des fragments de clivage et 20 % ne sont pas différenciés avec la MOLP ($D < 1 \mu\text{m}$) tandis que 34 % sont des fibres, 55 % des fragments et 11 % non différenciés avec la FESEM ($D < 1 \mu\text{m}$). Parmi les particules ayant un rapport d'allongement faible, le pourcentage de fragments est plus élevé ; de même, parmi les particules ayant un rapport d'allongement élevé, le pourcentage de fibres est plus élevé. Les particules avec des rapports d'allongement intermédiaires sont plus difficiles à classer. Il est à noter que cette étude englobe des objets de 0 à plus de 10 µm de largeur, ce qui fausse les statistiques car des objets non inhalables ($D > 3 \mu\text{m}$) sont inclus.

Van Orden *et al.* (2009) ont analysé 11 échantillons de matériaux de différentes provenances (trémolite-amiante, crocidolite-amiante, anthophyllite non amiante, etc.) en META. Les particules de longueur supérieure à 5 µm et de rapport d'allongement supérieur à 3 ont été comptabilisées. Le diamètre moyen des fibres d'amiante est de 0,27 µm contre 0,97 µm pour les amphiboles « non amiante ». Quarante-dix pourcent des amphiboles amiantes ont un diamètre inférieur à 0,5 µm contre environ 20 % des amphiboles « non amiante ». L'ensemble des amphiboles amiantes a des diamètres inférieurs à 1 µm contre environ 50 % des amphiboles « non amiante ». Le rapport d'allongement moyen des échantillons « d'amiante » est de 75 contre 16 pour les échantillons « non amiante ». Quarante-dix pourcent des fibres d'amiante ont un rapport d'allongement supérieur à 22, alors que 75 % des minéraux « non amiante » ont des rapports d'allongement inférieurs à 19. D'après les auteurs, les données suggèrent que le diamètre maximal à partir duquel une PMA est classée comme « non amiante », peut être réduit à 1 voire 0,5 µm sans modification de la précision de la caractérisation de la population de particules.

En 2009, Lee *et al.* (2009) ont analysé en META des amphiboles dans l'air autour de la mine de Libby, et complété par le FESEM. La distinction entre amiante et non amiante a été réalisée en premier lieu sur les critères cristallographiques. D'un point de vue morphologique : les amiantes sont plus fins (en moyenne deux fois plus fins) et ont des rapports d'allongement plus élevés (en moyenne 2 à 3 fois plus élevés) que leurs homologues non amiantes. Soixante-quinze pourcents des fibres d'amiante ont un diamètre inférieur à 0,4 µm, contre 25 % des non amiantes dans ce cas. Leur longueur est en moyenne la même : 9-11µm. Environ 58 % des amphiboles analysées étaient des amphiboles « non amiante » avec les caractéristiques générales suivantes : diamètre supérieur à 1 µm, rapport d'allongement inférieur à 20, faces étagées ou non-parallèles, extrémités irrégulières. Les auteurs (même s'ils reconnaissent que ce ne sont pas des critères absolus) indiquent que le diamètre est un paramètre distinctif entre les amiantes et non amiantes.

³¹ United-States Geological Survey.

Harper *et al.* (2012) ont réalisé un exercice d'intercomparaison en MOCP entre une dizaine de laboratoires. L'objectif était de tester l'efficacité d'une discrimination entre fibres et fragments de clivage, basée sur les critères de l'ASTM 2006 (D7200-06)³² :

- Classe 1 : Morphologie : courbure, extrémités évasées, faisceau de fibrilles.
- Classe 2 : Longueur supérieure à 10 µm ou diamètre inférieur à 1 µm.

Les lames analysées étaient constituées d'amiante ou de variétés d'amphiboles non asbestiformes : riébeckite/crocidolite, grunérite/amosite, trémolite/trémolite amiante, actinolite/actinolite amiante. Les résultats de cet exercice soulignent que :

- La classe 1 ne permet pas une bonne discrimination entre fibres et fragments de clivage.
- La longueur n'est pas un bon critère de discrimination, car il y a trop de recouvrements entre les deux populations d'objets en suivant ce seul critère.
- Le diamètre apparaît être un bon critère de discrimination, et l'utilisation du rapport d'allongement comme critère n'affine pas la sélection : une largeur critique fixée entre 0,5 et 1 µm permet de discriminer les fibres et les fragments de clivage. A 1 µm, il n'y a presque pas de faux négatifs en fibres d'amiante. A 0,5 µm, quasiment tous les fragments de clivage sont éliminés.

Le rapport d'allongement de 3, pris en compte actuellement par la plupart des réglementations pour caractériser une fibre d'amiante, est remis en cause par de nombreux auteurs (Campbell *et al.* 1977 ; Wylie, 1999 ; Lee *et al.* 2009.) car il ne permet pas de distinguer les fibres d'amiante des fragments de clivage des amphiboles non asbestiformes, lorsque les deux populations coexistent.

Le rapport d'allongement n'a que peu de signification si les particules sont évaluées individuellement (Campbell *et al.* 1977 ; Wylie *et al.* 1979 ; Wylie, 1988 ; Brown et Gunter 2003) mais devient intéressant pour caractériser une population de particules (Campbell *et al.* 1977 ; Wylie, 1999 ; Langer, 2008), car statistiquement ce rapport est distinct pour les deux populations d'amphiboles.

Le diamètre des PMA asbestiformes ne varie pas selon la longueur de la PMA. Toutefois plus une PMA non asbestiforme est longue, plus son diamètre est élevé. Ces observations s'expliquent par le mode de croissance de ces types de particules (unidirectionnel pour les PMA asbestiforme et tridimensionnel pour les PMA non asbestiformes). Les opérations réalisées sur le matériau ainsi que le mode de préparation des échantillons est un facteur d'influence des dimensions des particules analysées (Wylie, 1988 ; Van Orden *et al.* 2006 ; Harper *et al.* 2012) et peut conduire à des diamètres observés plus fins.

9.5.2.2 Longueur

L'étude de Lee *et al.* (2009) décrite plus haut montre que la longueur de la particule minérale allongée n'est pas un critère dimensionnel suffisamment discriminatoire (Lee *et al.* 2009).

9.5.2.3 Indice de fibrosité

Une autre approche consiste à ne plus considérer le rapport d'allongement seul comme critère discriminatoire, ni le diamètre seul, mais de combiner ces deux informations pour caractériser la population de PMA.

Chatfield suggère ainsi qu'en combinant la largeur et le rapport d'allongement, les particules amphiboles peuvent être classées comme amiante ou non amiante sans prendre en compte la morphologie des particules (Chatfield, 2008). Son approche consiste à broyer au mortier/pilon des échantillons de matériaux, puis, après récupération par élutriation dans l'eau de la fraction respirable, à analyser les PMA de longueur supérieure à 5 µm au META (grossissement X 10 000). Chaque particule est caractérisée individuellement, puis est reportée sur un graphe représentant le rapport d'allongement en fonction du diamètre. Une zone délimitée par un diamètre

³² American Society for Testing and Materials.

inférieur à 1,5 µm et un rapport d'allongement supérieur à 20 est définie comme zone asbestiforme (cf. figure 1).

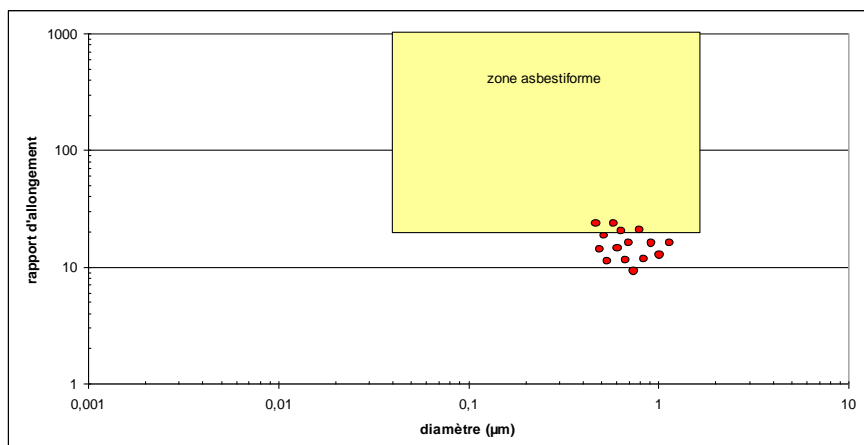


Figure 1 : Distribution des particules minérales en fonction de leur diamètre et de leur rapport d'allongement. Délimitation de la zone asbestiforme selon Chatfield (2008)

Chatfield propose donc la règle de discrimination suivante :

- Si la distribution se situe en dehors de la zone des particules asbestiformes, le matériau est considéré comme non asbestiforme ;
- Si certains points ont des rapports d'allongement supérieurs au maximum pour les amphiboles non asbestiformes, regarder l'ensemble des points présents dans la zone délimitée comme correspondant aux fibres d'amiante, et calculer la teneur en amiante à partir des dimensions de ces fibres ;
- Calculer la teneur en amiante tombant en dehors de la zone non asbestiforme.

Chatfield a ainsi analysé environ 200 fibres d'amphiboles de longueur supérieure à 5 µm à partir d'échantillons solides d'actinolite non asbestiforme, de grunérite et de riebeckite non asbestiforme, ainsi que des échantillons standards amiante (NIST SRM 1866 Crocidolite, NIST SRM 1867 Trémolite amiante, HSE référence trémolite amiante, NIST SRM 1867 Actinolite amiante, HSE référence actinolite amiante) afin de caractériser les dimensions des particules de ces échantillons.

Sur les échantillons *a priori* non amiante :

- Pour les amphiboles non amiante telles que $5 \mu\text{m} < L \leq 10 \mu\text{m}$, le ratio L/D est ≤ 35 ;
- Pour les amphiboles non amiante telles que $10 \mu\text{m} < L \leq 20 \mu\text{m}$, le ratio $L/D \leq 30$;
- Pour les amphiboles non amiante telles que $L > 20 \mu\text{m}$, le ratio L/D est < 20 .

Cette étude met également en évidence que les standards amiante présentent des caractéristiques très différentes : la distribution des échantillons de trémolite et d'actinolite du NIST se situe en majeure partie en dehors de la zone des particules asbestiformes, alors que la distribution des échantillons de trémolite et d'actinolite du HSE se situe, pour la plus grande part dans la zone asbestiforme.

Pierce (2011) a appliqué cette procédure sur des échantillons de trémolite, d'anthophyllite et d'actinolite. Il définit un indice de fibrosité comme étant le pourcentage de fibres se trouvant dans la zone « asbestiforme » définie par Chatfield. D'après les données de Pierce, l'indice de fibrosité n'est pas corrélé avec la longueur, mais avec le diamètre et le rapport d'allongement : plus le diamètre est faible, plus l'indice de fibrosité est important. Plus le rapport d'allongement est important, plus l'indice de fibrosité est élevé. Pierce suggère de définir un seuil à cet indice de fibrosité pour définir un matériau comme asbestiforme.

Van Orden *et al.* (2009) ont également mis en œuvre cette procédure sur quelques échantillons. Selon eux, il s'agit d'une bonne procédure de screening, mais qui génère trop d'erreurs pour être quantitative.

En conclusion, l'ensemble des auteurs s'accorde sur le fait que les populations d'amphiboles asbestiformes présentent des caractéristiques dimensionnelles différentes des populations d'amphiboles non asbestiformes : les fragments de clivage des amphiboles ont un rapport d'allongement plus faible et un diamètre plus grand que les fibres asbestiformes de même longueur. Un diamètre inférieur à 1 µm, voire 0,5 µm est avancé dans des études comme discriminant des fibres asbestiformes, de même qu'un rapport d'allongement supérieur à 10 voire 20.

Toutefois, la plupart des auteurs note qu'il existe une zone de recouvrement dimensionnel des deux types de populations et soulève la difficulté de réaliser cette caractérisation sur des échantillons présentant une faible population de PMA, comme les échantillons d'air par exemple.

Par ailleurs, les critères dimensionnels seuls ne permettent pas de caractériser complètement une population de PMA. Une caractérisation cristallographique et chimique est nécessaire. D'autres critères morphologiques peuvent être utilisés en complément.

9.5.3 Autres critères morphologiques

Un minéral est également caractérisé par sa morphologie. Le niveau de caractérisation possible dépend du grossissement utilisé. Ainsi, une particule d'amiante décrite comme une fibre unitaire à faible grossissement pourra apparaître comme un faisceau de fibres à plus fort grossissement (Campbell *et al.* 1977).

La caractérisation morphologique seule ne permet pas d'identifier un minéral sans information supplémentaire sur sa structure et sa composition chimique.

Dorling et Zussman (1987) donnent une description morphologique des 4 types majeurs d'amphiboles calciques (trémolite-ferroactinolite) : massive, prismatique (hornblende), finement aciculaire (riébeckite, actinolite, trémolite) et amiante (grunérite, anthophyllite, trémolite-actinolite, riébeckite). Ces 4 formes ont été observées par microscopie optique, DRX, MEBA, META et microsonde, l'objectif étant l'étude des variétés asbestiformes et non asbestiformes des minéraux de la série trémolite-ferroactinolite. Lorsqu'elles sont soumises à un broyage modéré, la séparation des fibres d'amiante s'effectue plutôt par séparation en fibrilles et moins par fracturation en fibres plus courtes, comparativement aux massifs ou aux byssolites. Toutefois, un broyage prolongé écourte les fibres les plus fragiles.

Les faisceaux de fibres (avec des extrémités évasées), qui se divisent facilement en sous-unités plus fines (fibrilles), sont appelés et classés comme amiante. Les autres espèces présentant des cristaux aciculaires très fins ou en aiguilles ne sont pas inclus dans le groupe asbestiforme. Le terme "byssolite"³³ a été utilisé par Wylie *et al.* (1979) pour décrire des variétés aciculaires fines d'actinolite.

L'US EPA (EPA 1993) propose les critères suivants pour caractériser une population de fibres d'amiante :

Le rapport d'allongement varie de 20 à 100 (et plus encore pour des fibres de longueur supérieure à 5 µm). Les rapports d'allongement doivent être déterminés pour les fibres et non pour les faisceaux ;

- Fibrilles très fines (diamètre inférieur à 0,5 µm) ;

³³ Dans la littérature, ce terme ancien est utilisé par les minéralogistes pour désigner l'actinolite-amiante.

- Deux caractéristiques ou plus parmi les suivantes :
 - Fibres parallèles regroupées en faisceaux ;
 - Faisceaux de fibres avec des extrémités effilochées ;
 - Agglomérats de fibres individuelles enchevêtrées ;
 - Fibres incurvées.

Van Orden *et al.* (2008) proposent également des critères de distinction morphologiques entre amiante et fragments de clivage. Est considérée comme amiante une PMA, analysée en META telle que :

- Rapport d'allongement supérieur à 5 ($L/D > 5$) ;
- Bords parallèles qui doivent être lisses ;
- Diamètre qui doit être constant sur toute la longueur et sans aucun rebord ;
- Extrémités régulières perpendiculaires.

Les fragments de clivage peuvent avoir des bords parallèles mais leur surface est souvent découpée et d'apparence irrégulière.

Ces éléments sont pris en considération, avec une analyse cristallographique et chimique. Un logigramme de décision pour différencier ce qui est amiante de non amiante au META est également proposé (cf. chapitre 9.5.5).

9.5.4 Composition chimique

Dorling et Zussman (1987) dans leur caractérisation des 4 types majeurs d'amphiboles, ont relevé certains traits caractéristiques par diffraction électronique et EDX au META. Le META a révélé des plans multiples (100) dans l'amiante, mais pas dans les autres variétés. Les analyses chimiques élémentaires ont montré que les espèces ne contenant qu'une très faible quantité d'aluminium n'étaient pas asbestiformes : la teneur en Al était sous la limite de détection.

Les amiantes contiennent de faibles teneurs en Mn, Na, K et ont une composition proche de $\text{Ca}_2(\text{Mg,Fe})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$. Les substitutions chimiques dans les amiantes s'effectuent préférentiellement de Na vers Ca plutôt que Al pour Si, alors que c'est l'inverse dans les byssolites (très peu de Na). Les substitutions chimiques dans les échantillons prismatiques sont beaucoup moins contraintes. K n'est pas présent dans les amiantes étudiés mais l'est dans les byssolites et les espèces prismatiques.

9.5.5 Approches discriminantes/séquentielles

9.5.5.1 Comptage différentiel

La méthode d'analyse réglementaire imposée par l'OSHA est la MOCP. Cette technique ne permettant pas de déterminer la nature des fibres, l'OSHA précise que si une discrimination des fibres est nécessaire, alors des techniques de comptage différentiel peuvent être utilisées³⁴. L'objectif de ce comptage différentiel est d'exclure certaines fibres initialement comptées en MOCP car non amiante. Cette discrimination peut être réalisée sur la base de la morphologie, de l'analyse en MOLP ou de l'analyse complémentaire par META ou MEBA.

L'OSHA définit un fragment de clivage comme une particule minérale formée par broyage de matières minérales, en particulier celles qui sont caractérisées par des côtés parallèles et un rapport d'allongement modéré (généralement inférieur à 20). Il n'est pas précisé d'autres critères permettant de réaliser ce comptage différentiel.

L'OSHA précise également que cette approche, pour être mise en œuvre en routine, nécessite une grande expérience et la déconseille, sauf si elle est juridiquement nécessaire. Une fibre peut

³⁴ OSHA Asbestos standard – 29CFR §1910.1001 Appendix B. Detailed procedure for asbestos sampling and analysis - Non-Mandatory.

être exclue du comptage seulement si elle n'est clairement pas de l'amiante. L'OSHA recommande donc, en cas de doute sur l'identification d'une fibre, de la considérer comme amiante.

L'ASTM a publié en 2006 une norme pour réaliser l'échantillonnage et le comptage des fibres en suspension dans l'air, y compris les fibres d'amiante, dans les mines et carrières, par MOCP et META (ASTM D7200). La méthode proposée utilise la MOCP et la META dans une approche à plusieurs niveaux.

Les échantillons d'air sont d'abord analysés en MOCP pour comparaison à la limite d'exposition admissible (MSHA-PEL). Si le comptage initial en MOCP dépasse la valeur limite, une analyse en META est effectuée pour caractériser les fibres d'amiante et ne sont mesurées que les particules allongées ayant les dimensions d'une fibre OMS ($L > 5 \mu\text{m}$, $L/D \geq 3$).

Si la concentration en fibres OMS est comprise entre 0,5 fois la valeur limite et la valeur limite, un comptage discriminatoire est réalisé.

La discrimination des particules allongées est réalisée à partir de caractéristiques morphologiques et dimensionnelles et les particules sont classées en 3 catégories :

- La classe 1 regroupe les objets présentant une courbure, les faisceaux de fibres ;
- La classe 2 regroupe les particules allongées de longueur supérieure à $10 \mu\text{m}$ ou de diamètre inférieur à $1 \mu\text{m}$;
- La classe 3 regroupe les autres fibres comptables en MOCP.

Si le nombre de fibres classées en catégorie 1 et 2, correspond à au moins 50 % du nombre initial de fibres OMS, une analyse en META est effectuée pour déterminer le nombre de fibres d'amiante équivalent MOCP. Ces résultats sont ensuite comparés aux limites réglementaires.

Cette procédure a fait l'objet d'un essai interlaboratoire, qui s'est avéré non concluant (Harper *et al.* 2008 ; Harper *et al.* 2012). La reconnaissance des caractéristiques définissant la classe 1 était très variable entre les laboratoires. Les auteurs concluent que ces critères peuvent guider l'analyse mais qu'une telle classification ne peut pas être appliquée dans tous les laboratoires pour une analyse quantitative, du moins sans une formation supplémentaire.

Les paramètres de la classe 2 se sont avérés inefficaces pour discriminer les particules, en raison d'un chevauchement entre les fibres d'amiante et des fragments de clivage dans la gamme de longueur 5-15 μm . Les données publiées et les données non publiées suggèrent que ce chevauchement se produit également avec des fibres en suspension trouvées dans les environnements professionnels (Harper *et al.* 2012).

Suite à ces essais, la version de la norme ASTM D7200-6 de 2006 a été abrogée et remplacée par la norme ASTM D7200-12 en 2012 qui redéfinit les 2 premières classes de fibres en prenant un diamètre de $1 \mu\text{m}$ comme critère discriminant principal :

- Groupe 1 : fibres de diamètre inférieur à $1 \mu\text{m}$;
- Groupe 2 : fibres de diamètre supérieur à $1 \mu\text{m}$, mais courbées ou bien avec extrémités évasées ou ayant la forme de faisceaux de fibres ;
- Groupe 3 : toutes les autres fibres comptables ($L > 5 \mu\text{m}$ et $L/D \geq 3$).

Si 50 % ou plus du nombre total des fibres comptabilisées sont répartis dans la classe 1 ou 2, la présence de fibre d'amiante est suspectée dans l'échantillon et il est recommandé que cet échantillon soit réanalysé en META pour confirmer la présence d'amiante et déterminer la concentration en amiante. Les fibres comptabilisées en META sont les fibres optiquement équivalentes.

9.5.5.2 Approche discriminante

Face à la problématique des fragments de clivage, les laboratoires ont élaboré des modes opératoires permettant d'affiner l'identification des fibres sur la base de différents critères et par la mise en œuvre de techniques analytiques complémentaires.

Ainsi, Van Orden *et al.* (2008) ont élaboré un arbre décisionnel leur permettant de caractériser chaque fibre individuellement et de la classer comme amiante ou non amiante (cf. figure 2) sur la

base de critères évalués successivement. L'analyse est réalisée en META. Les critères pris en compte sont basés sur les caractéristiques physiques des amphiboles.

Les premiers critères évalués sont morphologiques :

- Rapport d'allongement, avec un seuil à 5 ;
- Parallélisme des bords ;
- Courbure de l'objet ;
- Extrémités perpendiculaires.

Ensuite, les critères liés aux propriétés de diffraction sont évalués :

- Uniformité des contours de diffraction : en observant les minéraux amphiboles lors d'une analyse META, les contours de l'amphibole peuvent être observés en raison de la diffraction interne par le faisceau d'électrons. Ces contours correspondent à des plans de cisaillement. Les contours des amphiboles amiante sont réguliers, ce qui conduit à une diffraction nette des bords de l'amphibole amiante. Dans les amphiboles non asbestiformes, ces contours sont irréguliers et la diffraction est moins nette.
- Sur la base des diagrammes de diffraction électronique en sélection d'aire (SAED) :
 - $75^\circ \leq \text{angle} \leq 90^\circ$: il s'agit de l'angle mesuré entre 2 axes de zones de la fibre observée après rotation de la fibre. Cet angle est moins sensible à l'imprécision en calibration que dans les mesures du réseau cristallin. De plus, les zones uniques qui différencient les silicates à chaîne simple des silicates à chaîne double se produisent entre 74° et 90° .
 - Maclage : une macle est un édifice cristallin constitué par l'association de plusieurs cristaux d'une même espèce minérale, orientés les uns par rapport aux autres suivant une loi de symétrie déterminée. Occasionnellement, des cristaux individuels de même espèce et de même forme peuvent être reliés par un élément de symétrie, formant alors des macles, constituées de deux, trois, ou de multiples individus. Le maclage est couramment utilisé pour indiquer la nature fibreuse d'une structure asbestiforme. Cependant, ce critère n'est pas absolu : certaines amphiboles sont plus susceptibles de présenter cette caractéristique que d'autres.
 - Superposition des réseaux d'amphiboles : une superposition de réseaux d'amphiboles est indicative d'une phase d'altération des chaînes simples et doubles des phyllosilicates et le diagramme SAED résultant de cette altération peut être confondu avec la présence de macles. La distinction peut être effectuée en observant attentivement les distances entre les nœuds des réseaux
 - Concordance multiple SAED / amphibole : plusieurs diagramme SAED sur la même particule sont nécessaires pour une identification définitive lorsque la structure est particulièrement épaisse ou lorsque l'orientation par rapport au faisceau d'électron, la grille d'observation ou la matrice interfèrent.

La caractérisation finale est effectuée par le biais de l'analyse à dispersion des rayons X (EDX). Ainsi, l'analyse chimique n'est effectuée qu'en dernier lieu.

Les auteurs estiment que le taux d'erreur global selon cette approche est de 5 à 10 %.

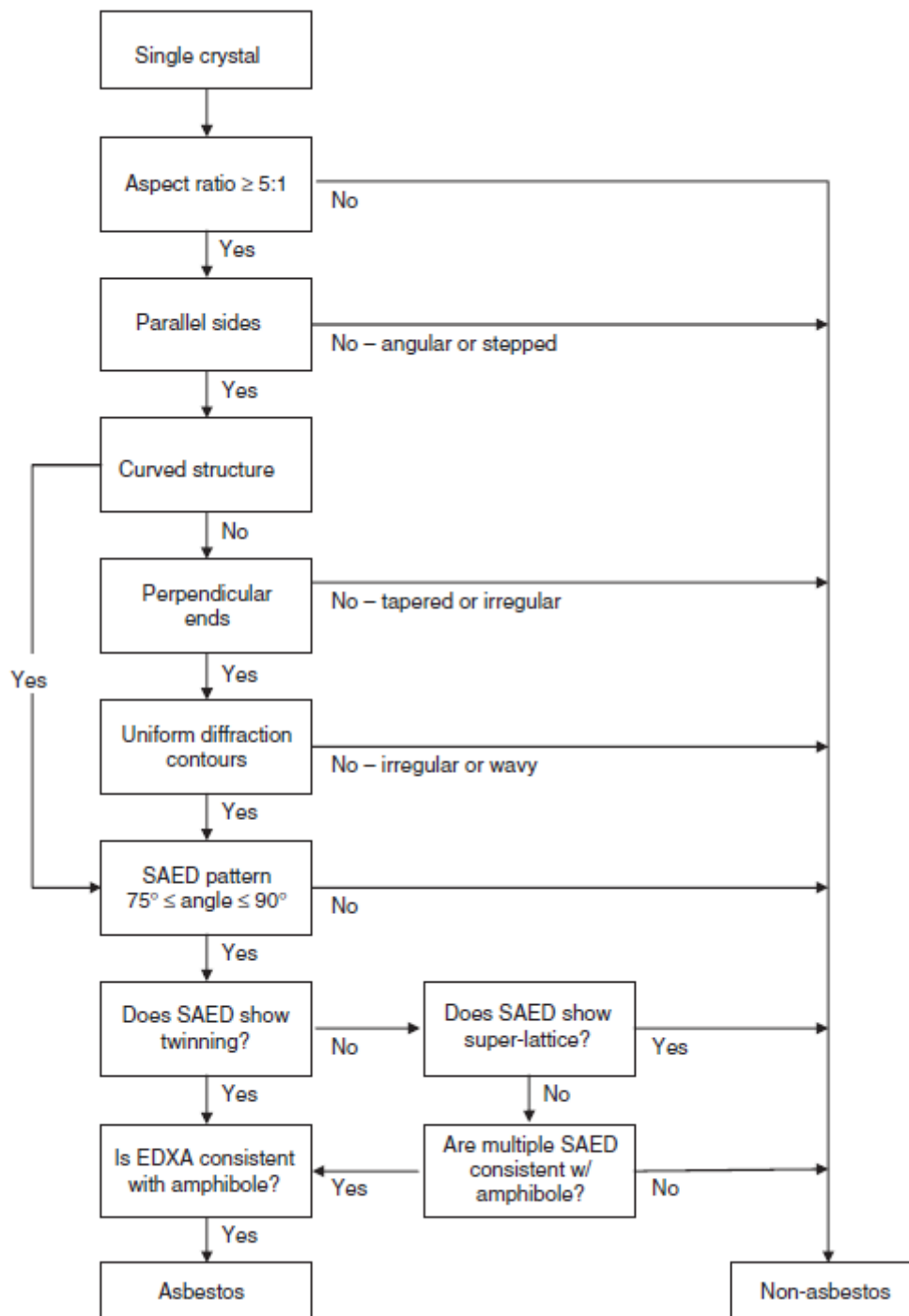


Figure 2 : Approche discriminatoire pour l'analyse de l'amiante (d'après Van Orden *et al.* 2008)

Compte tenu de la complexité de l'analyse des échantillons naturels, des laboratoires ont développé leur propre stratégie d'analyse en élaborant des démarches visant à discriminer les amphiboles amiante (d'après auditions d'AdLab et de LaboCEA, 2015).

9.6 Conclusions sur la métrologie

La réglementation actuelle selon l'arrêté du 6 mars 2003 relatif aux compétences des organismes procédant à l'identification de l'amiante dans les matériaux et produits ainsi que le programme

d'accréditation (P 144/2 de janvier 1999) sur les essais concernant la recherche d'amiante dans les matériaux ne concernent que les matériaux et produits de la construction.

Il n'y a pas de standardisation de la prise d'essai en vue d'une recherche de fibres d'amiante dans un matériau et il n'existe pas de document spécifique de référence pour la préparation des matériaux, autres que les matériaux solides d'origine commerciale. Les méthodes de préparation doivent ainsi être adaptées aux matériaux naturels et aux matériaux pouvant contenir de l'amiante non ajouté intentionnellement, en préservant la morphologie des fibres d'origine, et doivent être validées selon le type de matériau en présence, avec une quantité minimale requise pour effectuer la préparation, la prise d'essai dépendant de l'hétérogénéité de l'échantillon. Les laboratoires doivent, en outre, déterminer leur limite de détection selon la méthode de préparation et d'analyse utilisée.

Les méthodes d'analyses décrites ci-dessus, notamment les plus couramment utilisées comme la MOLP et la META, permettent d'identifier les fibres d'amiante sur la base de différents critères mais toutes deux ont leurs limites, liées soit à la résolution de l'appareil et à la difficulté de distinguer certaines variétés d'amiante comme pour la MOLP, soit à l'impossibilité de faire la distinction entre fibres individuelles et fragments de clivage, comme parfois pour la META.

Les différentes méthodes complémentaires ont également leurs limites et ne sont pas ou peu applicables en routine.

En utilisant la META et la définition actuelle d'une fibre selon la norme de référence NF X 43-050 pour faire la distinction entre fibres individuelles d'amiante actinolite et fragments de clivage, l'exercice d'intercomparaison détaillé plus haut souligne que cette méthode d'analyse peut être insuffisante et nécessiter la prise en compte de critères complémentaires, si cette distinction doit être faite.

Des propositions pour permettre la distinction entre fibres et fragments de clivage ont été décrites dans la littérature et notamment en se basant sur la morphologie et en adoptant un rapport d'allongement plus important que celui utilisé actuellement. Le logigramme de Van Orden appliqué avec les normes ISO 22262-1, ISO 22262-2 et NF X 43-050 pourrait être un bon compromis et pourrait limiter les faux négatifs.

10 Effets sanitaires liés aux fragments de clivage

10.1 Rappels sur les effets sanitaires liés à l'amiante

Les données présentées dans ce chapitre sont extraites du rapport d'expertise collective de l'Anses relatif à la toxicité de l'antigorite (Anses, 2014).

L'amiante provoque aussi bien des lésions bénignes (dont l'asbestose et les plaques pleurales) que des pathologies malignes (mésothéliomes et autres cancers, essentiellement de l'appareil respiratoire).

Les risques de fibrose pulmonaire, appelée aussi asbestose, sont associés à des niveaux relativement élevés d'exposition à l'amiante. Les autres pathologies pleurales bénignes les plus fréquentes sont les plaques pleurales calcifiées ou non, et les épaissements pleuraux diffus.

Le cancer du poumon est l'une des pathologies malignes associées à l'exposition à l'amiante. Le risque est amplifié en cas d'exposition simultanée à l'amiante et au tabac, mais il est aussi établi chez les non-fumeurs. Le temps de latence entre l'exposition et la survenue de la maladie varie de 10 à plus de 20 ans. De plus, le Centre international de recherche sur le cancer (CIRC) a classé l'amiante comme cancérigène pour l'Homme avec par ailleurs des preuves suffisantes pour les cancers du larynx et de l'ovaire (IARC, 2012). Le cancer colorectal fait l'objet d'une forte suspicion.

Le mésothéliome malin diffus est l'effet cancérigène caractéristique de l'exposition chronique aux fibres d'amiante. Il survient après une longue période de latence (pouvant atteindre 40 ans, voire plus). C'est une tumeur primitive issue de la transformation néoplasique des cellules mésothéliales qui tapissent les séreuses. La plèvre constitue la localisation initiale la plus fréquente (environ 60 % des cas) mais le péricarde, le péritoine, voire la vaginale testiculaire, seraient d'autres localisations possibles. Les tumeurs présentent de multiples remaniements cytogénétiques, incluant des délétions chromosomiques fréquentes. En général, plusieurs anomalies cytogénétiques sont présentes, suggérant qu'elles participent aux différentes étapes de l'initiation et/ou de la progression tumorale. Le diagnostic de mésothéliome malin est parfois difficile. En France, il existe une procédure de certification des cas difficiles par un groupe d'anatomopathologistes (Groupe Mésopath.). Cette méthode repose sur la recherche de consensus des diagnostics à partir de la relecture standardisée des lames par un panel d'anatomopathologistes d'une part, et des résultats de l'immunohistochimie d'autre part. Le mésothéliome n'a été codé dans la Classification Internationale des Maladies (CIM) qu'à partir de l'année 2000. Auparavant, il était inclus dans la catégorie plus large des « cancers de la plèvre ». Dans le cadre de la problématique amiante, le mésothéliome présente un intérêt particulier, dans la mesure où l'exposition à l'amiante est son principal facteur de risque avéré.

10.2 Données épidémiologiques

10.2.1 Méthode

Les études épidémiologiques ont été identifiées à partir de la synthèse réalisée par le NIOSH en 2011 sur l'amiante et les PMA et d'une recherche sur les bases de données Pubmed et Scopus à partir des mots clefs suivants : « amphibole », « nonasbestiform », « cleavage fragment », « elongated mineral particle », « elongated fiber », « epidemiology », « toxicity », « lung cancer », « mesothelioma » (revue des données disponibles jusqu'en juin 2015). Une recherche a également été effectuée à partir des noms des espèces d'amphiboles ou des familles d'amphiboles ciblées dans ces travaux. Des rapports institutionnels d'organismes de recherche ont également été consultés (e.g. US EPA, University of Minnesota).

Cinq groupes majeurs d'études ont ainsi été identifiés :

- Les études relatives aux travailleurs des mines d'or d'Homestake (USA)
- Les études relatives aux mines de taconite (Minnesota – USA)
- Les études relatives aux mines de vermiculite (Montana – USA)
- Les études relatives à l'exposition environnementale à la fluoro-édénite (Italie)
- Les études relatives aux gisements de talc trémolitique (New-York – USA)

Les résultats de mesure fournis dans les études sont indifféremment exprimés en F/mL ou en F/cm³ (1 mL = 1 cm³).

Pour rappel, les termes associés aux PMA tels que rapportés dans les différentes études citées dans ce rapport sont indiqués entre guillemets.

10.2.2 Etudes relatives aux mines d'or d'Homestake

La majorité des études sur les PMA dans les mines d'or provient du site de Homestake, dans le Dakota du Sud, aux États-Unis (NIOSH, 2011). Cette mine a été exploitée presque continuellement depuis 1876.

10.2.2.1 Données géologiques et minéralogiques

Les données minéralogiques indiquent que la roche aurifère de Homestake est du schiste métamorphisé de : (1) sidérite et quartz, et (2) cummingtonite et quartz. Le minerai est donc composé majoritairement de quartz. Sont également présents : de la chlorite, des amphiboles, de la sidérite et, en quantités moindres, des sulfures (pyrrhotite, pyrite, arsénopyrite, galène, sphalérite et chalcopyrite), de la calcite, de l'ankérite, de la biotite, du grenat, de la fluorite, des oxydes de fer et du gypse (Lightfoot *et al.* 2010).

10.2.2.2 Données d'exposition professionnelle

Les mineurs d'or de Homestake ont été exposés à des mélanges d'amphiboles « non asbestiformes », composés majoritairement de cummingtonite-grunérite (69 %), d'actinolite-trémolite (15 %) et d'autres variétés « non asbestiformes » (16 %) (Zumwalde *et al.* 1981 d'après NIOSH, 2011). Le pourcentage de « fibres » aéroportées de longueur supérieure à 5 µm varie de 24 % pour la cummingtonite-grunérite à 32 % pour l'actinolite-trémolite. La moyenne géométrique des expositions individuelles à des « fibres » de longueur supérieure à 5 µm a été estimée à 0,44 F/cm³ dans les années 1970. Les niveaux d'expositions avant 1970 n'ont pas été mesurés mais auraient été plus élevés, d'après les données disponibles pour les poussières totales (Steenland et Brown, 1995).

Une autre étude, rapportant l'analyse de « fibres » aéroportées par META (diffraction des électrons et spectrométrie des rayons-X) a montré que 80 à 90 % de l'échantillon de « fibres » était composé d'amphiboles, dont 60 à 70 % de grunérite « fibreuse », 1 à 2 % de cummingtonite « fibreuse » et 10 à 15 % de hornblende « fibreuse » (Gillam *et al.* 1976). En 1974, la concentration en fibres (L > 5 µm) mesurée par MOCP, pour 200 échantillons, était de 0,25 F/mL, avec un maximum de 2,8 F/mL. La concentration moyenne (± écart-type) en fibres totales mesurées par META était de 4,82 ± 0,68 F/mL, et de 0,36 ± 0,08 F/mL pour les fibres de longueur supérieure à 5 µm. Environ 94 % des fibres avaient une longueur inférieure à 5 µm, avec un diamètre moyen de 0,13 µm et une longueur moyenne de 1,1 µm. Le NIOSH (2011), en référence à Zumwalde *et al.* (1981), mentionne que la plupart des « PMA » observées par META (70–80 %) avait une longueur inférieure à 5 µm. Pour la population entière de « PMA », les moyennes géométriques pour la longueur étaient de 3,2 µm et de 0,4 µm pour le diamètre.

En dehors des expositions aux « PMA », les travailleurs des mines de Homestake ont été exposés à des niveaux élevés de silice cristalline, ainsi qu'à des niveaux relativement faibles de radon et d'arsenic.

10.2.2.3 Etudes de cohorte rétrospectives - Mortalité

Les mineurs d'or de Homestake ont fait l'objet de plusieurs études de cohorte, se recoupant partiellement. La cohorte la plus complète a été reconstituée par Brown *et al.* (1986) et comprend

3 328 mineurs avec au moins un an de travail souterrain entre 1940 et 1965. Seuls sont présentés ici les résultats de la dernière mise à jour de cette cohorte (Steenland et Brown, 1995). La mortalité par cause de la cohorte a été suivie de 1940 à 1990. Au total, 1 551 décès sont survenus pendant les 106 000 personnes-années d'observation. La proportion de perdus de vue est de 2 %. Des rapports standardisés de mortalité (SMR) ont été calculés pour 92 catégories de causes de décès, avec plusieurs populations de référence (population des Etats-Unis, population de l'état du Dakota du Sud, population du comté dans lequel est située la mine). Les SMR ont également été calculés en fonction de la durée d'emploi, du temps écoulé depuis l'embauche, de la période d'embauche et d'un niveau d'exposition cumulée aux poussières. Les expositions ont été estimées quantitativement à l'aide d'une matrice emplois-expositions spécifique. Ces évaluations sont cependant basées sur des mesures de poussières totales qui ne permettent pas de distinguer les particules de silice cristalline des « fibres non asbestiformes ».

La cohorte présente une mortalité par cancer du poumon légèrement plus élevée que celle de la population générale des Etats-Unis (SMR = 1,13 ; IC_{95%} = 0,94 - 1,36). La surmortalité par cancer du poumon est plus marquée et significative lorsque les populations locales sont prises comme référence (SMR = 1,25 ; IC_{95%} = 1,03 – 1,51 avec le comté comme référence et SMR=1,59 ; IC_{95%} = 1,31 – 1,92 avec le Dakota du Sud). Le SMR augmente avec le temps écoulé depuis l'embauche (SMR = 1,27 ; IC_{95%} = 1,02 - 1,55 pour la catégorie 30 ans et plus, et SMR = 0,82³⁵ pour la catégorie moins de 30 ans). En revanche, aucune relation claire n'est mise en évidence avec la période d'embauche, la durée d'emploi ou avec l'exposition cumulée aux poussières. Il faut cependant noter que dans le cas où une relation dose-effet existerait entre la mortalité par cancer du poumon et la concentration en « fibres non asbestiformes », l'utilisation d'une mesure d'exposition non spécifique comme l'exposition aux poussières totales pourrait atténuer ou masquer cette relation.

Des excès significatifs de décès par tuberculose (SMR = 3,52 ; IC_{95%} = 2,47 – 4,87) et par pneumoconiose (SMR = 1,61 ; IC_{95%} = 1,09 - 5,61) ont également été mis en évidence. L'examen des certificats de décès indique que les décès par tuberculose sont majoritairement des silicotuberculoses (21/39), et les pneumoconioses, des silicoses (40/92). Un décès par asbestose est également identifié dans cette dernière catégorie. La surmortalité par tuberculose et par pneumoconiose est concentrée chez les sujets embauchés avant 1930, et augmente nettement et significativement avec l'exposition cumulée aux poussières. L'observation de relations dose-effet nettes pour des pathologies connues pour être associées à l'exposition à la silice cristalline suggère que la mesure d'exposition cumulée utilisée reflète correctement l'exposition à la silice cristalline, mais ne donne pas d'indication sur la capacité de cette mesure à caractériser l'exposition aux « fibres non asbestiformes ».

Aucun décès par mésothéliome n'a été identifié dans la cohorte. Cependant, les mésothéliomes ne faisaient pas l'objet d'une catégorie spécifique pendant la période de suivi, et ne pouvaient pas être identifiés de façon systématique. Un code distinctif n'a été attribué au mésothéliome qu'à partir de la 10^{ème} révision de la CIM, utilisée aux Etats-Unis à partir de 1999. Quatre décès par cancer du péritoine (SMR = 2,81 ; IC_{95%} = 0,76 – 7,19) et 3 décès par autre cancer respiratoire (SMR = 2,54 ; IC_{95%} = 0,52 – 7,43), catégories pouvant potentiellement inclure des mésothéliomes, ont été observés, mais aucune mention de mésothéliome n'a été retrouvée sur les certificats de décès. L'examen des certificats de décès par cancer du poumon ou cancer non spécifié n'a pas non plus permis de retrouver de mention de mésothéliome. En raison du manque de fiabilité des certificats de décès pour ce diagnostic, il n'est cependant pas possible d'exclure formellement l'existence de cas de mésothéliome dans cette cohorte.

³⁵Intervalle de confiance (IC) non précisé dans la publication.

10.2.2.4 Synthèse et conclusions sur les études relatives aux mines d'or d'Homestake

En termes d'exposition aux amphiboles, les mineurs de la mine de Homestake semblent n'avoir été exposés qu'à des particules non asbestiformes, donc à des fragments de clivage. Néanmoins, en raison de l'absence de mesure d'exposition spécifique aux amphiboles non asbestiformes (mesures de poussières totales), du fait de co-expositions à la silice cristalline et dans une moindre mesure au radon et à l'arsenic, et des difficultés d'identification des mésothéliomes à partir des certificats de décès dans la période considérée, les données ne permettent pas de conclure sur les effets sanitaires des fragments de clivage.

10.2.3 Etudes relatives aux mines de taconite aux USA

Depuis 1970, des préoccupations au sujet de la santé des travailleurs et de la population ont été soulevées dans les environs des mines de taconite du Mesabi Iron Range, au nord-est du Minnesota (Axten et Foster, 2008 ; Wilson *et al.* 2008). L'exploitation de la taconite, qui est un minerai de quartzite ferrifère constitué de silice et d'oxydes de fer, a débuté dans les années 50. En 2008, une vaste étude épidémiologique sur la santé des travailleurs de la taconite, financée par l'état du Minnesota, a été mise en place à partir de cette cohorte, suite à la mise en évidence d'un nombre élevé de mésothéliomes parmi ces travailleurs. Cette étude, sous la responsabilité de l'Université du Minnesota, incluait six composantes: (1) évaluation professionnelle de l'exposition, (2) étude de la mortalité de la cohorte professionnelle, (3) étude de l'incidence des cancers, (4) étude cas-témoins sur le mésothéliome, (5) étude cas-témoins sur le cancer du poumon et (6) étude transversale sur la santé respiratoire (incluant les conjoints) (University of Minnesota School of Public Health, 2014).

10.2.3.1 Données géologiques et minéralogiques

Le Mesabi Iron Range, d'une largeur de 4 km et d'une longueur de 200 km, est divisé en quatre zones métamorphiques différentes dont la minéralogie change de l'est vers l'ouest. Chaque zone est constituée de dépôts de taconite contenant du quartz et des silicates de fer ainsi que des « PMA » de nature variable, décrites par les auteurs comme étant constituées principalement de « fragments de clivage ». En raison des différences minéralogiques entre la zone est et la zone ouest, les travailleurs ne sont pas exposés aux mêmes types de « PMA » (Allen *et al.* 2014). Le minerai de fer exploité dans une mine de la zone la plus à l'est (zone 4), contiendrait des « PMA » d'amphiboles, principalement de la cummingtonite-grunérite, ainsi que de l'actinolite (ferroactinolite), dont la majorité ne serait pas « asbestiforme » (Wilson *et al.* 2008 ; Zanko *et al.* 2008). Environ 10 % des « PMA » auraient une longueur supérieure à 5 µm et seulement 1 % serait « asbestiforme » (Axten et Foster, 2008) ou « fibreux » (Allen *et al.* 2014) (hornblende, cummingtonite-grunérite et trémolite-actinolite). Le minerai dans la zone plus à l'ouest (zone 1), où cinq mines sont en opération, serait composé quasi exclusivement de « PMA non asbestiformes » non amphiboles de la famille des phyllosilicates (minnesotaite, greenalite et stilpnomélane). Il n'y aurait pas d'amiante réglementé, pas d'amphibole, ni de fragments de clivage de longueur supérieure à 5 µm ou de diamètre inférieur à 0,5 µm (Zanko *et al.* 2008). La zone 2, où il n'y a plus de mine en opération, est une zone transitionnelle avec quelques amphiboles tandis que la zone 3, de minéralogie tout autre (grunérite sous forme « tabulaire » et « fibreuse »), n'a jamais été exploitée (McSiggen et Morey, 2008).

10.2.3.2 Données d'exposition professionnelle

Une évaluation de l'exposition aux « PMA » a été effectuée dans les six mines de taconite en opération dans les zones est (1 site) et ouest (5 sites) (Hwang *et al.* 2013). Les objectifs de cette étude étaient d'évaluer les niveaux d'expositions actuels des travailleurs aux « PMA » (2010-2011) et d'estimer les composantes de variabilité de différents paramètres utiles pour les études épidémiologiques. Des mesures d'empoussièrement individuelles ont été réalisées auprès des travailleurs répartis en 28 groupes d'exposition homogène (GEH) regroupant 180 intitulés d'emploi répartis dans 7 départements. Les échantillons ont été analysés en MOCP selon la méthode NIOSH 7400 (MOCP) : les « PMA » prises en compte ont une longueur supérieure à 5 µm, un

diamètre inférieur à 3 µm et un rapport d'allongement supérieur à 3. Dix-huit pourcent des échantillons ont été ré-analysés en META selon la méthode NIOSH 7402 (META). Des mesures de silice cristalline ont également été réalisées. Les expositions pour chaque GEH, par mine et par année ont été reconstruites par modélisation en combinant les mesures récentes aux mesures historiques conservées par les mines en activité (1955 – 2010). Un niveau cumulé d'exposition a ensuite été calculé pour chaque sujet à partir de son historique professionnel et de la matrice, en PMA/cm³ x année pour les PMA et en mg/m³ x année pour la silice cristalline. Basées sur ces estimations, les expositions aux « PMA » auraient été plus élevées dans les premières années de l'industrie de la taconite (University of Minnesota School of Public Health, 2014).

Les résultats de mesure des 1 298 échantillons indiquent que, pour plusieurs GEH des différentes mines, les niveaux d'expositions aux « PMA » totales sont supérieurs à 0,1 F/cm³. Il n'y aurait pas de « PMA asbestiformes » dans les échantillons analysés. Les concentrations de « PMA » d'amphiboles sont très inférieures aux concentrations de « PMA » totales, indiquant que les « PMA » de taconite sont composées majoritairement d'autres espèces minérales non amphiboles. La zone est du Mesabi Iron Range était la seule région où des « PMA » amphiboles ont été identifiées, les niveaux étaient inférieurs à la limite d'exposition recommandée (fixée à 0,1 F/cm³, en MOCP), sauf quelques exceptions (Hwang *et al.* 2013).

Une deuxième étude conduite par le même groupe de recherche a été réalisée dans les six mines de taconite afin de déterminer la distribution de taille des « PMA » et de développer une méthode pour convertir les concentrations mesurées selon les critères dimensionnels des méthodes NIOSH 7400/7402 en concentrations définies selon d'autres critères dimensionnels (Hwang *et al.* 2014). Les échantillons d'air ambiant ont été prélevés à l'aide d'un impacteur à cascade (MOUDI) (diamètre aérodynamique : 36 nm à 56 µm). Les dimensions ont été mesurées par MOCP et META et les comptages des « PMA » ont été réalisés en utilisant différentes définitions de dimensions pour les « PMA » :

- « fragments de clivage » ($L/D \leq 20$) ;
- « PMA courtes ou Suzuki » ($L \leq 5 \mu\text{m}$ et $D \leq 0,25 \mu\text{m}$) ;
- « PMA NIOSH » ($L > 5 \mu\text{m}$; $L/D \geq 3$) ;
- « PMA Chatfield » ($0,04 \mu\text{m} < D < 1,5 \mu\text{m}$; $20 < L/D < 1000$).

Les concentrations les plus élevées pour les « PMA », totales et amphiboles, ont été observées pour la fraction « fragments de clivage » (par META) suivies de la fraction « fibres courtes » (par MOCP et META). Les « PMA » de longueur variant de 1 à 3 µm et de diamètre de 0,2 à 0,5 µm sont prépondérantes. De ce fait, les mesures d'empoussièrement réalisées selon la méthode NIOSH sous-estiment l'exposition des travailleurs aux « PMA » puisqu'elles ne tiennent pas compte des « PMA courtes ».

Les concentrations de « PMA » totales sont plus élevées dans la zone est que dans la zone ouest tandis que les « PMA » amphiboles ne sont retrouvées que dans la zone est (à l'exception d'un seul échantillon sur un seul poste de la zone ouest), ce qui est cohérent avec les différences géologiques entre les zones. En revanche, la proportion de « fragments de clivage » parmi les PMA totales est plus élevée dans la zone ouest. Les concentrations de « fragments de clivage » sont plus élevées dans les procédés d'extraction, ce qui est cohérent avec la génération accrue de « PMA » lors de telles activités. Certaines de ces « PMA » peuvent correspondre à la définition de « fibre réglementaire » ($L > 5 \mu\text{m}$ et $L/D > 3$), même si elles ne sont pas « asbestiformes » (Hwang *et al.* 2014). D'autres mesures d'empoussièrement ont été réalisées en 1974-1975, dans une industrie de traitement du minerai de taconite, provenant d'une mine de la zone est. Les niveaux moyens de particules « fibreuses » ($L/D > 3$), en ambiance, tels que déterminés par la méthode indirecte en META, variaient de 0,0003 à 0,03 F/cm³. D'autres mesures réalisées ultérieurement indiquent des concentrations moyennes de 0,0626 F/cm³ (IC_{95%} : 0,035 – 0,9 F/cm³). En 1990-2001, la concentration moyenne de particules « fibreuses » de type amphibole était de 0,0022 F/cm³ (0,0001 à 0,0140 F/cm³). La concentration moyenne de grunérite fibreuse a décliné de 0,048 F/cm³ en 1990 à 0,0088 F/cm³ en 1998. La même tendance a été observée pour la série trémolite-actinolite fibreux qui a diminué de 0,0186 F/cm³ en 1990 à 0,0029 F/cm³ en 1998. Les concentrations de grunérite (80 %) sont supérieures aux concentrations de trémolite-actinolite

(20 %). La majorité des particules comptées seraient des « fragments de clivage ». Parmi les « particules fibreuses » présentes dans l'air, 10 % seraient d'une longueur supérieure à 5 µm et seulement 1 % serait « asbestiforme » (Axten et Foster 2008) ou « fibreux » (Allen *et al.* 2014) (hornblende, cummingtonite-grunerite et trémolite-actinolite). Le tableau 8 présente une synthèse des PMA présentes dans les différentes zones.

Tableau 8 : Synthèse des expositions aux PMA dans les études relatives aux mines de taconite (d'après University of Minnesota School of Public Health, 2014)

Zone	Présence de PMA	
	PMA totales	PMA d'amphiboles
4 (Est)	oui	oui : cummingtonite grunerite trémolite actinolite autres
3	Pas de mine en opération	
2	Pas de mesures réalisées	
1 (Ouest)	oui: dont phyllosilicates stilpnomelane greenalite minnesotaite	non (sauf 1 prélèvement sur un poste, à 0,2 F/cm ³)

10.2.3.3 Études épidémiologiques

A l'heure actuelle, seules l'étude de mortalité et l'étude cas-témoins sur le cancer du poumon ont fait l'objet de publications (Allen *et al.* 2014 et 2015). Des projets d'articles sur l'étude d'incidence des cancers, l'étude cas-témoins sur le mésothéliome et l'étude transversale sont cependant présentés en annexe du rapport de l'Université du Minnesota (University of Minnesota School of Public Health, 2014). Les études épidémiologiques ont été conduites sur les travailleurs de 7 mines (1 mine dans la zone 4, 1 mine dans la zone 2, et 5 mines dans la zone 1). Les principaux résultats sont présentés ci-dessous et dans le tableau 9.

Tableau 9 : Synthèse des résultats des études épidémiologiques relatives aux mines de taconite (d'après University of Minnesota School of Public Health, 2014)

Etude		Ensemble			Zone 1 (Ouest)			Zone 2			Zone 4 (Est)			Remarques
Mortalité	Mésothéliome	Obs	SMR	IC 95%	Obs	SMR	IC 95%	Obs	SMR	IC 95%	Obs	SMR	IC 95%	Pas de variation en fonction de la durée d'emploi. Les travailleurs ont pu travailler dans plusieurs zones
	Cancer du poumon	30	2,77	1,87-3,96	-	1,85	0,98-3,16	-	7,38	4,30-11,82	-	3,17	1,37-6,25	
Incidence des cancers	Mésothéliome	Obs	SIR	IC 95%	Pas d'analyse par zone									Après ajustement indirect sur le tabac : SIR IC à 95% Poumon 1,1 1,0-1,2 Larynx 1,1 0,9-1,2 Vessie 1,0 0,9-1,1
	Poumon	51	2,4	1,8-3,2										
	Larynx	973	1,3	1,2-1,4										
	Estomac	94	1,4	1,1-1,7										
	Vessie	105	1,4	1,1-1,6										
Etude cas-témoins cancer du poumon	Durée emploi (année)	OR	IC à 95%	OR	IC à 95%	OR	IC à 95%	OR	IC à 95%	OR	IC à 95%	Ajustement sur le sexe, l'âge, la durée d'emploi dans les mines d'hématite, dans des emplois exposés à l'amiante commercial, +durée d'emploi dans les autres zones pour les analyses par zone		
	Exp cum PMA en PMA/cc x an	0,99	0,96-1,01	1,01	0,97-1,04	0,99	0,96-1,02	0,99	0,96-1,01	0,99	0,96-1,01			
	non exp	-		1,00	0,87-1,16	0,94	0,85-1,02	0,95	0,89-1,01					
	Q1	0,81	0,67-0,98											
	Q2	1	ref											
	Q3	1,00	0,79-1,25											
	Q4	0,98	0,77-1,24											
Etude cas-témoins mésothéliome	Durée emploi	OR	IC à 95%	OR	IC à 95%	OR	IC à 95%	OR	IC à 95%	OR	IC à 95%	Ajustement sur l'âge, la durée d'emploi dans les mines d'hématite, dans des emplois exposés à l'amiante commercial, +		
	année	1,03	1,00-1,06	1,05	1,00-1,11	1,06	1,02-1,09	0,97	0,92-1,02					
	<médiane	1	ref											

Etude		Ensemble		Zone 1 (Ouest)		Zone 2		Zone 4 (Est)		Remarques
	>médiane	1,15	0,62-2,11							+durée d'emploi dans les autres zones pour les analyses par zone
	Tertile 1	1	ref							
	Tertile 2	1,45	0,64-3,27							
	Tertile 3	1,78	0,84-3,75							
	<u>Exp cum PMA</u>									
	PMA/cc x an	1,10	0,97-1,24	1,96	1,15-3,34	1,31	1,12-1,54	0,88	0,71-1,09	
	<médiane	1	ref							
	>médiane	1,93	1,00-3,72							
	Tertile 1	1	ref							
	Tertile 2	1,66	0,75-3,68							
	Tertile 3	1,84	0,80-4,23							
Etude transversale santé respiratoire	Anom, parenchym,	RR	IC 95%	RR	IC 95%	RR	IC 95%	RR	IC 95%	Ajustement sur l'âge, l'indice de masse corporelle, le statut tabagique, le nombre d'années d'emploi dans les mines d'hématite, l'exposition à l'amiante commercial dans et hors industrie de la taconite +durée d'emploi dans les autres zones pour les analyses par zone
	5,3% (63/1188)									
	Durée emploi (année)	1,02	0,99-1,04	1,03	0,99-1,06	1,03	0,99-1,06	1,01	0,98-1,04	
	<u>Exp cum PMA</u>									
	PMA/cc x an	1,00	0,925-1,09	1,06	0,92-1,23	1,03	0,90-1,18	0,99	0,90-1,09	
	Anom, Pleurales									
	16,7% (198/1188)									
Durée emploi (année)	1,02	1,00-1,04	1,02	1,00-1,04	1,03	1,01-1,05	1,01	0,99-1,03		
<u>Exp cum PMA</u>										
PMA/cc x an	1,06	1,00-1,12	1,09	0,99-1,21	1,16	1,06-1,27	1,04	0,97-1,10		
Q2-Q4 vs Q1	1,93	1,32-2,83	1,97	1,27-3,06	2,67	1,30-5,48	1,05	0,39-2,81		

*Les anomalies parenchymateuses incluent les petites et les grandes opacités. Les anomalies pleurales incluent les plaques pleurales, le comblement du cul de sac costo-diaphragmatique et les épaissements pleuraux diffus.

10.2.3.3.1 Étude de mortalité

La population d'étude a été restreinte aux travailleurs nés en 1920 ou après (de façon à se concentrer sur la période d'exploitation de la taconite), soit 46 170 individus. Les taux de mortalité de référence n'étant disponibles qu'à partir de 1960, les sujets décédés avant 1960 ont été exclus, ainsi que des sujets présentant des données incomplètes ou incohérentes, amenant à une population d'étude de 44 243 individus. L'analyse a été restreinte aux travailleurs employés au moins un an, soit 31 067 travailleurs.

La mortalité a été suivie de 1960 à 2010. Le statut vital et la cause de décès ont été recherchés à l'aide de différentes sources. Au total, le statut vital a été retrouvé pour 98 % de la cohorte. Des SMR ont été calculés en utilisant la population du Minnesota comme population de référence. Les SMR ont été calculés pour l'ensemble de la cohorte, et en fonction de la zone minéralogique du lieu d'emploi (zones 1, 2 et 4), disponible pour 92 % des travailleurs. Des analyses internes à la cohorte ont également été effectuées en fonction de la durée d'emploi.

Résultats : Au total, 9 094 décès sont survenus pendant les 1 152 966 personnes-années d'observation. La cohorte présente une mortalité toutes causes (SMR = 1,04 ; IC_{95%} = 1,02 - 1,06), par mésothéliome et par cancer du poumon significativement plus élevée que celle de la population générale (cf. tableau 9). Des SMR significativement supérieurs à 1 sont également observés pour les maladies cardiovasculaires (SMR = 1,10; IC_{95%} = 1,06 - 1,14), particulièrement maladie hypertensive (SMR = 1,81; IC_{95%} = 1,39 - 2,33) et maladie ischémique (SMR = 1,11; IC_{95%} = 1,07 - 1,16). Les excès de décès par mésothéliome et cancer du poumon sont retrouvés dans les trois zones (1, 2 et 4). Cette analyse ne permet pas strictement de comparer les risques d'une zone à l'autre, les travailleurs pouvant avoir été employés dans plusieurs zones, mais la proportion de travailleurs employés dans plus d'une zone est faible. Les analyses en fonction de la durée d'emploi ne mettent en évidence aucune relation dose-effet.

10.2.3.3.2 Étude d'incidence des cancers

La population d'étude est, comme dans l'étude de mortalité, restreinte aux 46 170 travailleurs nés en 1920 ou après. Sont exclus les individus avec des données incomplètes ou incohérentes, et les individus décédés avant 1988, les données d'incidence n'étant disponibles qu'à partir de 1988. L'analyse a finalement porté sur 40 720 travailleurs, suivis de 1988 à 2010. Les cas incidents de cancer ont été identifiés à partir du registre des cancers du Minnesota. Des rapports d'incidence standardisés (SIR) ont été calculés avec, comme référence la population générale du Minnesota. Un ajustement indirect sur le tabac a également été effectué, en estimant la proportion de fumeurs dans la cohorte à partir de l'échantillon de 1 313 sujets inclus dans l'étude transversale (cf. ci-dessous). Les cancers incidents ne pouvant être identifiés que chez les habitants du Minnesota, la migration hors du Minnesota a été prise en compte dans les analyses, en utilisant la proportion de décès survenus dans l'état pour ajuster les personnes-années à risque. La zone minéralogique n'a pas été étudiée.

Résultats : Des SIR significativement supérieurs à 1 sont observés pour le mésothéliome, le cancer du poumon, et les cancers du larynx, de l'estomac et de la vessie (cf. tableau 9). Pour les cancers du poumon, les SIR sont élevés pour tous les types histologiques, à l'exception des cancers à petites cellules. L'ajustement indirect sur le tabac amène une diminution des SIR pour toutes les localisations, mais l'incidence des cancers du poumon reste significativement supérieure à celle de la population générale.

10.2.3.3.3 Étude cas-témoins sur les cancers du poumon

Les décès par cancer du poumon (de 1960 à 2010) et les cas incidents (de 1988 à 2010) ont été identifiés à l'aide des mêmes sources que dans les études de mortalité et d'incidence, dans la population des 46 170 travailleurs nés en 1920 ou après. Deux témoins par cas appariés sur l'âge (+/- 5 ans) ont été sélectionnés dans la cohorte par la méthode de densité d'incidence. Au cours de la période de suivi, 1 725 cas de cancers du poumon et 3 450 témoins correspondant ont été identifiés. Après exclusion de sujets présentant des problèmes de qualité des données, 1 706 cas et 3 381 témoins ont été inclus dans l'étude.

Les expositions aux PMA et à la silice cristalline ont été évaluées à l'aide d'une matrice emplois-expositions spécifique (cf. données d'exposition professionnelle).

Les travailleurs ont pu être exposés à l'amiante commercial dans des opérations de maintenance et de construction. Pour chaque GEH, la probabilité d'exposition à l'amiante a été évaluée comme faible ou forte par des hygiénistes industriels. La plupart des travailleurs des mines de taconite ont aussi été impliqués dans l'exploitation d'hématite. La date de début d'exploitation de la taconite a été déterminée pour chaque mine. Les emplois antérieurs à cette date ont été considérés comme des emplois « hématite » (mines d'hématite) non exposés aux « PMA » et à la silice cristalline.

Les Odds Ratios (OR) associés à la durée d'emploi dans l'exploitation de taconite, à l'exposition cumulée aux « PMA » et à l'exposition cumulée à la silice cristalline ont été estimés par régression logistique conditionnelle. Pour prendre en compte les expositions antérieures dans l'exploitation d'hématite, ainsi que l'exposition à l'amiante commercial, les OR ont été ajustés sur le nombre d'années d'emploi « hématite », et sur le nombre d'années d'emploi dans un groupe considéré comme ayant une forte probabilité d'exposition à l'amiante. Des analyses par zone (1, 2 ou 4) ont également été effectuées, ajustées sur les expositions dans les autres zones.

Résultats : Aucune association significative entre l'exposition dans les mines de taconite et risque de cancer du poumon n'est mise en évidence. Le risque de cancer du poumon n'augmente pas avec la durée d'emploi dans les mines de taconite, et aucune relation dose-effet n'est observée avec l'exposition cumulée aux « PMA ». Ces résultats sont retrouvés dans les 3 zones. L'exposition cumulée à la silice cristalline n'est pas non plus associée au risque de cancer du poumon. L'analyse en fonction du type histologique ne fait pas apparaître de spécificité.

10.2.3.3.4 Étude cas-témoins sur les mésothéliomes

La population d'étude comprend les 68 737 travailleurs de la cohorte (pas de restriction sur l'année de naissance). Les cas de mésothéliomes ont été identifiés avec les mêmes sources que précédemment, sur la période 1960-2007. Au total, 80 cas ont été inclus. Quatre témoins par cas ont été sélectionnés dans la cohorte (densité d'incidence), avec appariement sur l'âge (+/- 2 ans), 5 ont été exclus dans un second temps, portant le nombre de témoins inclus dans l'analyse à 315.

Les expositions aux « PMA » ont été évaluées avec la même matrice emplois-expositions que dans l'étude sur le cancer du poumon. Cependant, les expositions cumulées aux « PMA » des sujets ont été évaluées avec plusieurs définitions, en utilisant les facteurs de conversion établis par Hwang *et al.* (2014) (cf. « données d'exposition professionnelles »).

Des régressions logistiques ont été utilisées pour estimer les OR associés à la durée d'emploi dans l'exploitation de taconite et à l'exposition cumulée aux « PMA », avec ajustement sur la durée d'emploi dans les mines d'hématite, et la durée d'emploi dans des emplois à forte probabilité d'exposition à l'amiante commercial. Les analyses ont été conduites sur l'ensemble des sujets et par zone (1, 2 et 4), avec ajustement sur la durée d'emploi dans les autres zones.

Résultats : Le risque de mésothéliome augmente significativement avec la durée d'emploi dans les mines de taconite. Cette augmentation du risque avec la durée est retrouvée dans les zones 1 et 2, mais pas dans la zone 4. Le risque de mésothéliome augmente non significativement avec l'exposition cumulée aux « PMA ». Lorsque l'exposition est catégorisée en faible et élevée, en fonction de la médiane, les sujets au-dessus de la médiane ont un risque de mésothéliome significativement plus élevé. L'analyse par tertile montre une augmentation des OR pour les tertiles d'exposition croissant, ce qui est en faveur d'une relation dose-effet, mais aucun OR n'est significatif. Dans l'analyse par zone, le risque de mésothéliome augmente significativement avec l'exposition cumulée dans les zones 1 et 2, mais aucune augmentation n'est observée dans la zone 4. Lorsque d'autres définitions des PMA sont utilisées, les résultats sur l'ensemble des zones varient, mais les résultats par zone restent qualitativement les mêmes : une augmentation significative du risque de mésothéliome avec l'exposition cumulée est observée dans les zones 1 et 2, mais pas dans la zone 4.

10.2.3.3.5 Etude transversale sur la santé respiratoire

A partir d'une base d'échantillonnage de 16 990 travailleurs employés entre la fin des années 1980 et 2010 dans les 7 mines, 3 310 individus ont été tirés au sort et invités à participer à l'étude, ainsi que leur conjoint. Au total, 1 188 travailleurs et 496 conjoints ont complété un questionnaire et ont bénéficié d'un examen clinique. Le questionnaire portait sur la consommation de tabac, l'histoire professionnelle, les antécédents médicaux et certains symptômes respiratoires communs. L'évaluation clinique comprenait une spirométrie³⁶ et une radiographie standard. Les radiographies ont été évaluées par deux lecteurs (ILO B-readers). Les expositions aux « PMA », à la silice cristalline et aux poussières totales ont été évaluées avec la matrice emplois-expositions (un sous-ensemble des participants a fait l'objet de prélèvements individuels, qui ont été utilisés pour la construction de la matrice mais n'ont pas été utilisés directement dans l'analyse).

Toutes les analyses ont été ajustées sur l'âge, l'indice de masse corporelle (IMC), le statut tabagique, le nombre d'années d'emploi dans les mines d'hématite, l'exposition à l'amiante commercial dans les mines, l'exposition à l'amiante hors industrie de la taconite. Les analyses par zone sont, de plus, ajustées sur les expositions dans les autres zones.

Résultats : Les anomalies pleurales et parenchymateuses sont plus fréquentes chez les travailleurs que chez les conjoints, mais les résultats de la spirométrie sont comparables dans les deux groupes. La fréquence des anomalies parenchymateuses n'est pas significativement associée à la durée d'emploi dans les mines de taconite, ni à l'exposition cumulée aux « PMA », globalement et dans les trois zones. En revanche, la fréquence des anomalies pleurales augmente significativement avec la durée d'emploi et avec l'exposition cumulée aux « PMA ». L'analyse par zone montre que ces relations dose-effet entre la durée d'emploi, l'exposition aux « PMA » et la fréquence des anomalies pleurales ne sont observées que dans les zones 1 et 2.

10.2.3.4 Synthèse et conclusions sur les études relatives aux mines de taconite

Les études sur les travailleurs des mines de taconite mettent en évidence des excès significatifs de mésothéliomes et de cancers du poumon, ainsi qu'une fréquence élevée d'anomalies pleurales et parenchymateuses.

Aucune association n'est observée entre le risque de cancer du poumon et la durée d'emploi dans les mines de taconite, l'exposition cumulée aux « PMA » ou l'exposition à la silice cristalline. Cette absence de relation dose-effet évoque plutôt des causes non professionnelles ou liées à des expositions en dehors de l'industrie de la taconite. La fréquence des anomalies parenchymateuses n'est pas non plus associée à la durée d'emploi ou à l'exposition cumulée aux « PMA ».

En revanche, le risque de mésothéliome et la fréquence des anomalies pleurales augmentent avec la durée d'emploi, et avec l'exposition cumulée aux « PMA ». L'exposition prédominante dans l'industrie de la taconite concerne des « PMA non asbestiformes » courtes, de l'ordre de 1-3 µm de longueur. Des fibres asbestiformes ont cependant été retrouvées, bien qu'en très faible proportion, dans certains prélèvements d'air. De plus, les travailleurs ont pu être exposés à de l'amiante commercial lors d'opérations de maintenance ou de construction. Bien que l'exposition à l'amiante commercial ait été estimée et prise en compte dans les analyses, un biais de confusion résiduel reste possible.

Dans l'ensemble, les résultats apportent des éléments en faveur d'un rôle de l'exposition aux « PMA non asbestiformes » dans la survenue de mésothéliome et d'anomalies pleurales. L'implication d'expositions à des fibres asbestiformes ou à de l'amiante commercial dans le développement de ces pathologies ne peut cependant pas être exclue.

³⁶ Ce test permet de déterminer le volume et le débit d'air expiré à l'aide d'un appareil de mesure. Les paramètres les plus fréquemment mesurés sont le volume d'air expiré en 1 seconde (VEMS ou FEV1 en anglais), la capacité vitale forcée (CVF ou FEV en anglais), qui correspond au volume d'air expulsé avec force jusqu'au volume résiduel, et le ratio de ces deux paramètres (VEMS/CVF).

L'étude doit se poursuivre jusqu'en 2017, de nouvelles campagnes de mesure sont en cours par l'Université du Minnesota. Les premiers éléments transmis par les auteurs confirment que des « PMA asbestiformes » ont été retrouvées dans la zone 4.

10.2.4 Etudes relatives aux amphiboles des mines de vermiculite aux USA

La vermiculite est un silicate naturel de formule brute $(\text{Mg,Fe,Al})_3((\text{Al,Si})_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, de structure similaire à celle du mica, exploité et commercialisé pour ses propriétés isolantes. Un gisement de vermiculite peut contenir des amphiboles en proportions variables. Les principales études réalisées sur les amphiboles associées à la vermiculite concernent les mines de la ville de Libby dans le Montana (USA), exploitées jusqu'en 1990 (LA = Libby Amphiboles). Le site de Libby, est en effet un important gisement de vermiculite, exploité à des fins commerciales entre 1920 et 1990, pour diverses applications telles que l'isolation, les produits de jardinage et les matériaux de construction. Historiquement, les travailleurs des mines et moulins de Libby ont connu de fortes expositions aux amphiboles. Les résidents de Libby et les travailleurs d'industries utilisatrices de vermiculite extraite de Libby ont également été exposés à ces amphiboles. Les études épidémiologiques conduites sur ces populations ont récemment été revues par l'US EPA, qui a publié en décembre 2014 un état des connaissances sur les dangers et les expositions aux LA (US EPA, 2014). L'objectif de ce rapport était de faire une évaluation du poids de la preuve sur la cancérogénicité des LA, et d'étudier la possibilité de proposer des valeurs de références pour protéger des effets cancérogènes et non cancérogènes liés à l'exposition aux LA.

Les études épidémiologiques synthétisées par l'US EPA présentent plusieurs composantes : des études de mortalité (dont mésothéliome) et des études transversales sur la santé respiratoire. Différentes cohortes susceptibles d'être exposées aux LA ont fait l'objet d'études :

- Les travailleurs des mines et moulins de vermiculite (Libby, Montana, USA) ;
- Les travailleurs d'une industrie d'exfoliation de vermiculite extraite de Libby à Marysville (Ohio, USA) ;
- La communauté de Libby (Montana, USA), ayant pu être exposée aux LA *via* différentes sources : relargage dans l'air lorsque les mines, moulins et usines d'exfoliation étaient en activité, utilisation de vermiculite exfoliée pour l'amendement des sols (jardins et zones récréatives), objets contaminés (vêtements, outils de travail) rapportés dans les habitations par les employés des mines et moulins, exposition environnementale à la vermiculite, etc.

Les données présentées dans ce rapport sont issues de la synthèse de l'US EPA. D'autres études épidémiologiques sur l'exposition aux amphiboles associées à la vermiculite ailleurs qu'aux USA ont été conduites mais ne sont pas reprises dans ce rapport.

10.2.4.1 Données géologiques et minéralogiques

La principale étude sur la composition et la morphologie des LA a été réalisée par l'Institut d'études géologiques des Etats-Unis (Meeker *et al.* 2003) à partir de 30 échantillons prélevés à différentes localisations de la mine.

Au minimum 30 « fibres » de diamètre inférieur à 3 μm ont été analysées par MEBA dans chacun des 30 échantillons. Cinq échantillons sur les 30 ont été choisis pour le dénombrement des amphiboles (après analyses) dans des champs de 100 x 100 μm et avec un minimum de 300 « fibres » dénombrées/échantillon. Les mesures ont été effectuées avec un système de microanalyse calibré avec un réseau certifié. La plus grande longueur et le diamètre moyen ont été utilisées pour calculer le rapport d'allongement de chaque amphibole.

Les amphiboles présentes sont, dans leur ordre d'importance, de la winchite (~ 84 %), de la richtérite (~11 %), de la trémolite (~6 %) et potentiellement de la magnésioriebeckite, de l'édénite et de la magnésio-arfvedsonite. Les auteurs indiquent que les compositions des « fibres » sont variables, y compris pour une « fibre » dont la composition peut varier de la trémolite à la winchite sur sa longueur.

Les morphologies des LA sont variables, allant de structures « prismatiques » à des « fibres asbestiformes » (cf. figure 3). Selon Meeker *et al.* (2003), toutes les amphiboles présentes peuvent se présenter sous forme « fibreuse », à l'exception possible de la magnésio-riebeckite. Environ 40 % des particules ont une longueur supérieure à 5 μm et des rapports d'allongement supérieurs à 3. Environ 30 % des particules sont concernées par des paramètres dimensionnels plus restrictifs (diamètre inférieur ou égal à 0,5 μm , avec un rapport d'allongement supérieur à 10). Les

différentes morphologies des LA observées en microscopie sont présentées dans la figure 3 extraite de l'article de Meeker *et al.* (2003).

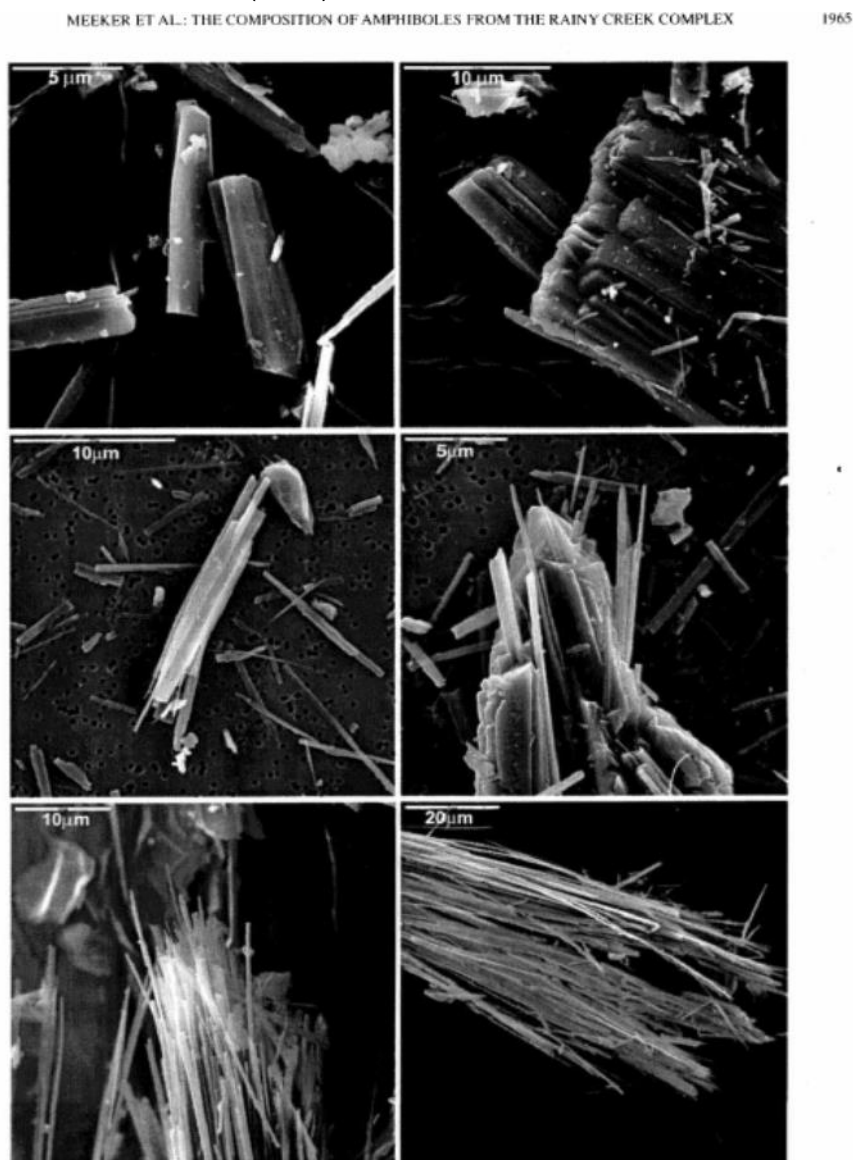


Figure 3 : Images au MEBA des échantillons des amphiboles de Libby (d'après Meeker *et al.* 2003 et US EPA, 2014)

10.2.4.2 Cohorte des travailleurs des mines et moulins de vermiculite de la ville de Libby (Montana, USA)

Entre 1920 et 1990, l'exploitation minière de Libby consistait en l'extraction du minerai, son traitement et son expédition. Jusqu'aux années 1960, les travailleurs étaient exposés à des concentrations élevées en LA, présentes conjointement à la vermiculite. En 2002, suite aux résultats des premières études épidémiologiques conduites auprès des travailleurs des mines et moulins, l'US EPA a inscrit la mine de Libby sur la liste des priorités nationales du programme Superfund, la qualifiant de site de déchets dangereux nécessitant sa dépollution.

10.2.4.2.1 *Données d'exposition professionnelle*

Les minéraux LA sont constitués d'un mélange de « fibres » et de minéraux « aciculaires ». Des matrices emplois-expositions ont été construites pour évaluer l'exposition individuelle cumulée des travailleurs des mines et moulins aux LA à partir des mesures dans l'air et de l'historique professionnel des individus. Avant 1970, les mesures étaient réalisées par impacteur et

concernaient les poussières totales (N = 336). Les prélèvements effectués par la suite ont été réalisés sur filtre (N = 4 116) (US EPA, 2014). Le tableau 10 résume les données dimensionnelles recueillies dans la littérature (Price, 2008a). Amandus *et al.* (1987a) ont mesuré les longueurs et diamètres de 599 structures de LA par MOCP. Leurs résultats ne concernent que les « fibres » de longueur supérieure à 5 µm et de rapport d'allongement supérieur à 3. McDonald *et al.* (1986a) rapportent des résultats en META, tout comme ceux de McGill sur des prélèvements d'air. ADL (1983)³⁷ a utilisé la microscopie électronique afin de déterminer le pourcentage de structures optiquement équivalentes de trémolite.

³⁷ La source exacte de ces données citées par Price (2008a) n'a pas été retrouvée.

Tableau 10 : Distribution des amphiboles de Libby en fonction de leurs dimensions (d'après Price, 2008a et US EPA, 2014)^a

MOCP						META															
Amandus <i>et al.</i> 1987a						Mc Donald <i>et al.</i> 1986				Université McGill, 1983 ^b						ADL, 1983					
L	%	D	%	L/D	%	L	%	D	%	L	N	%	D	N	%	L	N	%	D	N	%
< 5,0	NA	< 0,25	NA	5-10	4	< 5,0	38	< 0,25		< 5,0	80	36	< 0,25	86	39	< 5,0	NA	NA	< 0,25	56	28
5 – 10	27	0,25 – 0,45	NA	10-20	29	5 – 10		0,25 – 0,50		5 – 10	82	37	0,25 – 0,50	76	34	5 – 10	93	46	0,25 – 0,50	95	47
10 – 20	37	0,45 – 0,90	93	20-50	51	10 – 20	62	0,50 – 0,90	100	10 – 20	38	17	0,50 – 0,90	33	15	10 – 20	85	42	0,50 – 0,90	37	18
20 – 40	26	0,90 – 1,25	5	50-100	14	20 – 40		0,90 – 1,25		20 – 40	17	8	0,90 – 1,25	10	5	20 – 40	21	10	0,90 – 1,25	10	5
> 40	11	1,25 – 2,00	2	>100	2	> 40		1,25 – 2,00		> 40	4	2	1,25 – 2,00	16	7	> 40	2	1	1,25 – 2,00	3	1
		> 2,00				D		> 2,00			N	%	> 2,00	0	0		N	%	> 2,00	0	0

^a Les données présentées dans ce tableau n'ont pas été collectées selon un protocole statistique représentatif. De ce fait, elles ne sont pas nécessairement représentatives des LA et doivent être interprétées uniquement comme une information sur la distribution des LA en fonction de leurs dimensions et non comme une caractérisation complète de leurs dimensions.

^b Approximations.

Le Groupe RJ Lee (2002) a indiqué que 80% des structures présentes dans l'air étaient des fragments de clivage. Selon les données disponibles, les LA semblent néanmoins constituées de minéraux amphiboles de tailles très variables et dans une large gamme (Lee, 2002).

Dans une étude plus récente, 122 échantillons d'air collectés et analysés lors de l'étude de l'EPA ont été évalués par le Groupe RJ Lee (Lee *et al.* 2009). La majorité de ces prélèvements a été recueillie dans l'ancienne installation minière ou de transformation, ainsi qu'à divers endroits de la ville ou associés aux tests effectués par l'EPA. Ces prélèvements ne représentent pas un sous-échantillon statistique de l'étude EPA mais sont représentatifs des particules en suspension dans l'air. Les filtres avaient été préparés par méthode directe et analysés en META. Toutes les structures de longueur supérieure à 5 µm et de rapport d'allongement supérieur à 3 étaient analysées. Après analyse en META, les grilles de microscopie ont été observées en MEBA à effet de champ (FESEM). Les images de toutes les structures dénombrées en META et observées en FESEM ont été sauvegardées. Les amphiboles ont été classées « amiante » ou « non amiante » selon les critères de Campbell *et al.* (1977) élargis pour inclure la caractérisation des côtés, extrémités et texture des structures observées en FESEM. Les données ont ensuite été renseignées dans une base de données. Au total, 1 255 particules de longueur supérieure ou égale à 5 µm et de rapport d'allongement supérieur ou égal à 3 ont été dénombrées dans 108 des 122 prélèvements d'air. Parmi celles-ci, environ 1 200 particules ont été observées en FESEM. La figure 4 représente des images de particules identifiées comme étant de l' « amiante » ou non.

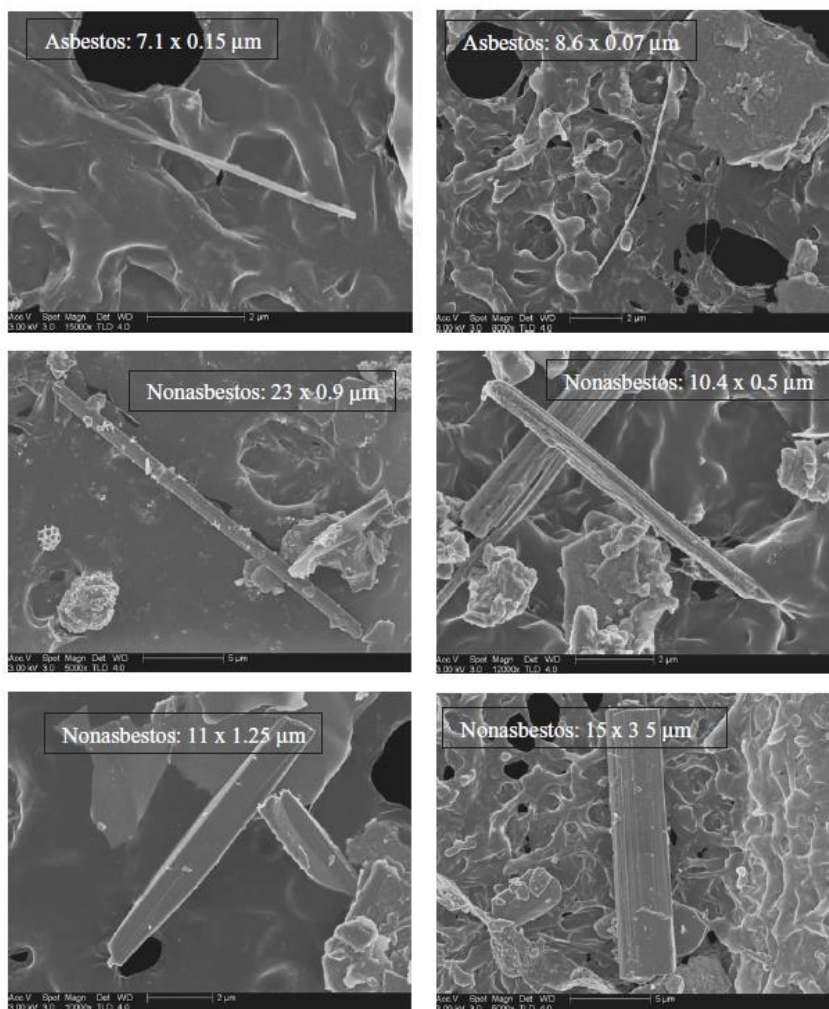


Fig. 1. Representative FESEM images of amphibole fibers observed in the Libby air samples. The dimensions are indicated in the photographs.

Figure 4 : Images en FESEM des amphiboles de Libby contenues dans les échantillons d'air (d'après Lee *et al.* 2009)

Sur les 122 prélèvements, 113 ne contenaient pas de « fibres » d'amiante réglementaires. Ces « fibres » ont été majoritairement détectées dans des prélèvements issus de la mine. Aucune « fibre » d'amiante réglementaire, autre que le chrysotile, n'a été détectée dans l'air environnant la ville de Libby.

Les données granulométriques sont renseignées dans le tableau 11 et indiquent que les fibres d'amiante ont des diamètres plus faibles et des rapports d'allongement plus élevés que leurs homologues « non amiante ».

Tableau 11 : Distribution des amphiboles de Libby en fonction de leurs dimensions et de leurs morphologies (d'après Lee *et al.* 2009)

Minéral	Faciès	N	Percentile					Moyenne (erreur standard)
			10	25	50	75	90	
			L (µm)					
Trémolite	« amiante »	20	5,88	7,20	9,62	15,25	19,62	11,82 (1,51)
	« non amiante »	136	5,41	6,00	8,45	11,92	17,18	10,09 (0,46)
Richtérite / Winchite	« amiante »	115	5,75	6,75	8,30	13,00	20,50	11,06 (0,68)
	« non amiante »	687	5,50	6,25	8,00	12,00	17,95	10,37 (0,25)
			D (µm)					
Trémolite	« amiante »	20	0,13	0,22	0,30	0,40	0,85	0,55 (0,23)
	« non amiante »	136	0,30	0,45	0,70	1,00	1,50	0,83 (0,05)
Richtérite / Winchite	« amiante »	115	0,15	0,20	0,25	0,30	0,50	0,32 (0,03)
	« non amiante »	687	0,25	0,40	0,60	0,90	1,25	0,73 (0,02)
			L/D					
Trémolite	« amiante »	20	11,2	23,2	37,8	48,1	94,0	42,4 (7,7)
	« non amiante »	136	5,4	8,5	14,1	20,2	29,9	16,4 (1,0)
Richtérite / Winchite	« amiante »	115	18,2	25,0	37,5	59,2	90,0	45,9 (2,6)
	« non amiante »	687	6,2	9,5	15,0	23,8	36,8	19,0 (0,6)

Environ 84 % des particules analysées correspondaient au groupe winchite/richtérite.

Les concentrations moyennes dans la mine (11 prélèvements) étaient de 0,0119 F/cm³ en dénombrant l'ensemble des particules et 0,0003 F/cm³ pour les seules « fibres d'amiante » réglementaires. Dans la ville de Libby (5 prélèvements), ces concentrations sont respectivement 0,0044 F/cm³ et 0,0001 F/cm³.

La majorité des particules dénombrées dans cette étude était considérée par les auteurs comme des « fragments de minéraux non amiante ». Près de 58 % des amphiboles dénombrées n'étaient pas de « l'amiante ». Elles avaient en moyenne un diamètre supérieur à 1 µm et un rapport d'allongement inférieur à 20, des côtés non parallèles et des extrémités irrégulières. Les auteurs ont conclu à une distinction claire mais non absolue entre les « fibres d'amiante » et les « fragments » d'amphiboles ; le diamètre étant le paramètre le plus discriminant. Ces auteurs considèrent que la prise en compte des particules non-amiantes conduit à surestimer les concentrations d'un facteur 10, ceci pouvant avoir pour conséquence de mener à des actions de dépollution de sites injustifiées et à engendrer inutilement de l'anxiété pour les populations exposées.

10.2.4.2.2 Etudes sur la mortalité

Plusieurs études conduites par le NIOSH (Amandus *et al.* 1987b ; Sullivan, 2007), l'Université McGill (Montréal, Canada) (McDonald *et al.* 1986a et 2004) et l'ATSDR (Larson *et al.* 2010) ont analysé les causes de mortalité des travailleurs des mines et moulins de vermiculite à Libby.

Les critères d'inclusion pris en compte diffèrent d'une étude à l'autre. Deux cohortes ont été considérées dans les études du **NIOSH** :

- Dans l'étude d'Amandus *et al.* (1987b), la population d'étude était restreinte aux hommes employés avant 1970, et ayant travaillé au moins 1 an dans les mines et moulins (N = 575). La période de suivi s'étend jusqu'en 1981.
- Dans l'étude de Sullivan (2007), la population d'étude incluait tous les travailleurs des mines et moulins de Libby, sans restriction sur la durée d'emploi. Les données présentées par les auteurs concernent la période 1960-2001 (N = 1 672).

La cohorte étudiée par l'**Université McGill** était, quant à elle, restreinte aux hommes, employés avant 1963 et ayant travaillé au moins un an dans les mines et moulins (N = 406). La période de suivi initiale s'étendait jusqu'en 1983 (McDonald *et al.* 1986a). Une mise à jour des données jusqu'en 1999 a ensuite été réalisée (McDonald *et al.* 2004).

L'**ATSDR** a, quant à elle, reconstruit une cohorte à partir des registres des compagnies exploitant les mines/moulins en analysant les causes de mortalité des employés jusqu'en 2006. Aucune restriction sur la durée d'emploi n'a été appliquée (N = 1 862 hommes et femmes) (Larson *et al.* 2010).

Les expositions aux « fibres » ont été évaluées à l'aide de matrices emplois-exposition constituées à partir du même jeu de données mesurées pour les périodes 1962-1967 et 1967-1982. Pour ces mesures, toutes les « fibres » de longueur supérieure à 5 µm, et ayant un rapport d'allongement supérieur à 3 ont été comptabilisées (cf. chapitre 10.2.4.2.1).

Des SMR ont été calculés en utilisant la population des USA comme population de référence, en tenant compte dans certains cas du temps de latence entre l'exposition et la survenue de la pathologie étudiée. Des risques relatifs ont également été calculés en fonction de l'exposition aux « fibres », exprimée sous forme de quartile d'exposition ou d'exposition continue.

Les résultats de ces études pour les pathologies autres que le mésothéliome sont présentés dans le tableau 12. Ces résultats sont concordants d'une étude à l'autre, et indiquent un excès de mortalité par pathologies respiratoires non cancéreuses et cancéreuses (dont cancers pulmonaires), et par pathologies cardiovasculaires chez les travailleurs des mines et moulins. Les excès les plus importants concernent la mortalité par asbestose et autres pathologies respiratoires non cancéreuses. Les excès de mortalité par pathologies respiratoires non cancéreuses, cancers respiratoires (dont cancer pulmonaire) et pathologies cardiovasculaires augmentent avec l'exposition cumulée aux « fibres ».

Concernant les cas de mésothéliomes, l'US EPA rappelle qu'avant la 10^{ième} révision de la CIM, mise en place aux USA en 1999, il n'existait pas de code spécifique au mésothéliome. Seuls les cas de mésothéliomes les plus récents revus dans les études de Sullivan (2007) et Larson *et al.* (2010) ont été codifiés selon la CIM 10. Le nombre de cas de mésothéliomes identifié dans chaque étude est présenté dans le tableau 12. L'étude de Sullivan (2007) est la seule à avoir calculé des SMR à partir des cas de mésothéliomes codifiés selon la CIM 10. Dans les études de l'Université McGill, (McDonald *et al.* 1986a et 2004) et de l'ATSDR (Larson *et al.* 2010), des régressions logistiques ont été utilisées pour calculer des risques relatifs de mésothéliomes en fonction de l'exposition cumulée aux « fibres », en prenant comme groupe de référence les cas de mésothéliome exposés aux plus faibles concentrations en « fibres ». Ces deux études mettent en évidence des excès de décès par mésothéliome dans l'ensemble des groupes d'exposition. Une relation dose-réponse est observée dans l'étude de Larson *et al.* (2010). Le risque relatif estimé pour une exposition augmentée de 100 fibres/cm³/an est de 1,15 (IC_{95%} : 1,03 ; 1,28).

Tableau 12 : Synthèse des résultats des études de mortalité chez les travailleurs des mines et moulins de Libby (d'après US EPA, 2014)

Etudes (d'après US EPA, 2014)	Population	Observations (Nombre de décès)	Résultats (hors mésothéliome) SMR (IC _{95%})
NIOSH Amandus <i>et al.</i> 1987b	N = 575 (employés avant 1970, au minimum 1 an) Nombre de décès : 161 (159 avec certificat) Durée moyenne de se suivi : 8,3 ans	Asbestose et autres pathologies respiratoires non cancéreuses	
		- Sans exclusion (N = 20)	2,4 (1,5 ; 3,8)
		- Temps de latence de 20 ans (N = 12)	2,5 (p < 0,05)
		Tous cancers (N = 38)	1,3 (0,9 ; 1,8)
		Cancers pulmonaires	
- Sans exclusion (N = 20)	2,2 (1,4 ; 3,4)		
- Temps de latence de 20 ans (N = 12)	2,3 (p < 0,05)		
		Mésosothéliome (N = 2)	NC
NIOSH Sullivan, 2007	1 672 hommes vivant en 1960 ou employés après 1960 ayant travaillé au moins 1 jour Période de suivi 1960-2001 Nombre de décès 767 (cause connue dans 95% des cas) Durée moyenne : 4,0 ans	Asbestose et autres pathologies respiratoires non cancéreuses	
		Asbestose (N = 22)	166 (104 ; 251)
		Pathologies respiratoires non cancéreuses (N = 111)	2,4 (2,0 ; 2,9)
		Pathologie pulmonaire chronique obstructive (N = 53)	2,2 (1,7 ; 2,9)
		Autres pathologies respiratoires non cancéreuses (N = 19)	2,7 (1,6 ; 4,2)
		Pathologies cardio-vasculaires (NR)	
		Pathologies cardiaques (NR)	0,9 (0,8 ; 1,1)
		Pathologies de l'appareil circulatoire (NR)	1,8 (1,2 ; 2,6)
		Tous cancers (N = 202)	1,4 (1,2 ; 1,6)
		Cancers pulmonaires (N = 89)	1,7 (1,4 ; 2,1)
		Mésosothéliomes (N = 15) (1960-2001)	
		Mésosothéliomes (N = 2) (1999-2001)	15,1 (1,8 ; 54,4)
		Cancers de la plèvre (N = 4) (1999 – 2001)	23,3 (6,3 ; 59,5)

Etudes (d'après US EPA, 2014)	Population	Observations (Nombre de décès)	Résultats (hors mésothéliome) SMR (IC _{95%})
Université McGill Mc Donald <i>et al.</i> 1986a ; Mc Donald <i>et al.</i> 2004	406 hommes Employés avant 1963, au minimum 1 an. Suivi 1983, (McDonald <i>et al.</i> , 1986a) mise à jour en 1999 (McDonald <i>et al.</i> , 2004) Nombre de décès : Avant 1983 : N = 165 (163 avec certificat) Entre 1983 et 1998 : N = 120 codée par nosologiste utilisant la CIM 8 Durée moyenne : 8,7 ans	Pathologies respiratoires non cancéreuses (N = 51)	3,1 (2,3 ; 4,1)
		Cancers pulmonaires (N = 44)	2,4 (1,7 ; 3,2)
		Mésosothéliomes (N = 12)	NC
ATSDR Larson <i>et al.</i> 2010	1 862 hommes et femmes Critères d'inclusion non décrits Suivi : 2006 Nombre de décès = 952 (87 % avec cause connue) Durée moyenne d'exposition : 0,8 ans	Asbestose et autres pathologies respiratoires non cancéreuses	
		Asbestose (N = 69)	143 (111 ; 181)
		Pathologies respiratoires non cancéreuses (N = 425)	2,4 (2,2 ; 2,6)
		Pathologie pulmonaire chronique obstructive (N = 152)	2,2 (1,9 ; 2,6)
		Autres pathologies respiratoires non cancéreuses (N = 120)	2,8 (2,3 ; 3,4)
		Pathologies cardio-vasculaires	
		Pathologies cardiaques (N = 552), dont : - Pathologies ischémiques (N = 247) - Autres (N = 120)	0,9 (0,9 ; 1,0) 0,7 (0,6 ; 0,8) 1,5 (1,2 ; 1,8)
Pathologies de l'appareil circulatoire (N = 258), dont : - Hypertension artérielle (N = 42) - Autres pathologies artérielles, veineuses ou lymphatiques (N = 136)	1,4 (1,2 ; 1,6) 1,7 (1,2 ; 2,4) 1,6 (1,4 ; 2,0)		
Cancers pulmonaires (N = 104)	1,6 (1,3 ; 2,0)		
Mésosothéliomes (N = 19)	NC		

NC : Non concerné ; NR : Non renseigné.

10.2.4.2.3 Etude transversale sur la santé respiratoire

Trois études sur la santé respiratoire des travailleurs des mines et moulins de Libby sont rapportées par l'US EPA. Dans chacune des études, les radiographies pulmonaires des travailleurs ont été analysées par trois lecteurs expérimentés selon la classification ILO (International Labour office – organisation internationale du travail)³⁸ de 1980 pour les études les plus anciennes (McDonald *et al.* 1986b et Amandus *et al.* 1987b, Larson *et al.* 2012). La présence d'anomalie(s) pleurale(s) et parenchymateuse(s) était confirmée si elle était déclarée positive au minimum par deux des trois lecteurs. Dans la dernière étude, des tests de spirométrie ont également été réalisés.

McDonald *et al.* (1986b) ont analysé les radiographies pulmonaires de deux groupes de travailleurs : les travailleurs « actuels », employés au 1^{er} juillet 1983 (N=164) et les « anciens » travailleurs, employés avant 1963 et résidant dans un rayon de 200 miles autour de Libby (N = 80). Le groupe témoin était constitué de 47 hommes, sans exposition professionnelle connue aux poussières, pour lesquels des radiographies pulmonaires étaient disponibles sur la même période. Les résultats de cette étude ont mis en évidence des épaissements pleuraux chez 15,9 % des travailleurs « actuels » et chez 52,5 % des « anciens » travailleurs, contre 8,5 % dans le groupe témoins. Des petites opacités sont rapportées chez 9,1 % des travailleurs « actuels », 37,5 % des travailleurs « anciens » et 2,1 % des témoins. La fréquence des épaissements pleuraux et des opacités augmente avec l'exposition cumulée aux fibres une fois les données stratifiées sur l'âge et la consommation de tabac.

Amandus *et al.* (1987b) ont analysé les radiographies pulmonaires de 191 hommes, employés de 1975 à 1982 pendant au moins 5 ans dans les mines et moulins. Les résultats de l'étude montrent des épaissements pleuraux chez 13 % des travailleurs et des petites opacités chez 10 % des travailleurs. Une association significative entre l'exposition cumulée aux fibres et la fréquence des opacités est rapportée par les auteurs après ajustement sur l'âge (association non significative pour les épaissements pleuraux).

Plus récemment, Larson *et al.* (2012) ont regardé les radiographies et réalisé des tests de spirométrie chez 336 hommes ayant travaillé dans les mines et moulins et identifiés à partir de la cohorte construite par l'ATSDR en 2000. Cette étude a mis en évidence des épaissements pleuraux diffus dans 5 % des cas, des petites opacités dans 5 % des cas et des épaissements pleuraux localisés chez 35 % des participants. Les résultats des tests de spirométrie ont mis en évidence un syndrome respiratoire restrictif chez 16 % des travailleurs (FVC inférieur à la limite inférieure de l'intervalle de confiance à 95 % de la valeur normale et FEV1/FVC supérieur à la limite supérieure de l'intervalle de confiance à 95 % de la valeur normale). L'ensemble de ces résultats était corrélé positivement à l'exposition cumulée aux fibres.

10.2.4.3 Cohorte des travailleurs d'industrie utilisatrice de vermiculite extraite de Libby à Marysville (Ohio, USA)

L'industrie de Marysville est spécialisée dans la production de pesticides et de produits fertilisants. De 1957 à 2000, de la vermiculite a été utilisée dans la synthèse de ces produits comme adjuvant. Initialement, la vermiculite extraite de Libby représentait 1/3 de la vermiculite totale utilisée (les autres gisements étant localisés principalement en Caroline du Sud). Par la suite, le tonnage de vermiculite de Libby utilisé n'a cessé de croître, et représentait plus de 95 % du tonnage total en

³⁸ Système de classification internationale des radiographies pulmonaires de pneumoconioses (http://www.ilo.org/safework/info/publications/WCMS_223935/lang--fr/index.htm).

Les anomalies parenchymateuses incluent les petites opacités et les grandes opacités. Les petites opacités sont décrites selon leur taille, leur forme, leur profusion et leur topographie (zone atteinte). Les grandes opacités sont classées en 3 catégories (A, B, C) en fonction de leur taille.

Les anomalies pleurales sont divisées en 3 groupes : les plaques pleurales, ou épaissement pleural localisé, le comblement du cul de sac costo-diaphragmatique, l'épaissement pleural diffus.

1972. La vermiculite était reçue sous forme brute et transformée par l'industrie elle-même. A cette période, l'industrie comprenait environ 530 employés.

10.2.4.3.1 Données d'exposition professionnelle

Des matrices emplois-expositions ont été construites à partir de mesures à poste fixe réalisées à partir de 1972 et de mesures individuelles, réalisées de 1976 à 1994. Les expositions pour la période 1957-1971 ont été extrapolées à partir des données mesurées en 1972. Les données mesurées en 1994 ont été considérées constantes jusqu'en 2000. Dans tous les cas, les analyses étaient réalisées en MOCP et les « fibres » comptabilisées étaient celles de longueur supérieure à 5 µm, de diamètre inférieur à 3 µm, et ayant un rapport d'allongement supérieur ou égal à 3. Les données d'exposition sont exprimées en F/cm³ pour une exposition moyennée sur 8 h ou en F/cm³/an pour une exposition cumulée sur l'année.

Trois matrices emplois-expositions ont été considérées en fonction des postes occupés et des niveaux de « fibres » mesurés (Lockey *et al.* 1984) :

- Groupe I : groupe non exposé comprenant notamment les travailleurs de bureau, ainsi que tous les travailleurs pour lesquels l'indice d'exposition cumulé est estimé inférieur à 1 F/cm³/an ;
- Groupe II : groupe faiblement exposé comprenant les travailleurs de l'entrepôt affectés à la maintenance ou à l'emballage des produits. Les expositions moyennées sur 8 h sont comprises entre 0,1 à 0,4 F/cm³ avant 1974 et 0,03 – 0,13 F/cm³ après 1974 ;
- Groupe III : groupe fortement exposé, comprenant les travailleurs affectés à l'exfoliation des matériaux et à la maintenance de l'usine. Les expositions moyennées sur 8 h sont comprises entre 1,2 à 1,5 F/cm³ avant 1974 et 0,2 à 0,375 F/cm³ après 1974.

Les auteurs soulignent que le manque de données avant les années 1972 pourrait conduire à une sous-estimation de l'exposition des travailleurs sur cette période.

10.2.4.3.2 Etude de mortalité

Dunning *et al.* (2012) ont suivi la mortalité des travailleurs de l'industrie de Marysville jusqu'en 2011. La cohorte était restreinte aux hommes caucasiens ayant été employés dans l'industrie de 1957 à 2000 (N = 465). La durée moyenne d'exposition est de 11 ans. Pendant cette période, 136 décès ont été rapportés. Deux décès par mésothéliome ont été rapportés sur cette période (SMR = 10,5 ; IC_{95%} = 1,3 - 3,8)). L'exposition cumulée de ces deux travailleurs était en moyenne de 45 F/cm³/an. Les décès par autre cause, notamment par cancer pulmonaire, n'étaient pas significativement différents de la population témoin (USA).

10.2.4.3.3 Etude transversale sur la santé respiratoire

La première étude, conduite par Lockey *et al.* (1984) a été réalisée en 1980 auprès de 512 travailleurs. Cette étude comportait un examen clinique (comprenant notamment une radiographie pulmonaire et un test de spirométrie) et un questionnaire portant sur la consommation de tabac et l'historique professionnel. L'analyse des images radiographiques était réalisée par 2 lecteurs expérimentés selon la classification ILO de 1971 (un troisième lecteur pouvait être consulté en cas de désaccord). Un excès d'anomalies radiographiques en lien avec l'exposition des travailleurs a été rapporté (combles du cul de sac costo-diaphragmatique ou autre(s) anomalie(s) pleurale(s) ou parenchymateuse(s)). La fréquence des anomalies radiographiques (quelle que soit l'anomalie considérée) était de 2,8 % dans le groupe I, de 3,9 % dans le groupe II et de 5,8 % dans le groupe III. Rapportées à l'exposition cumulée par an, les fréquences d'anomalies étaient de 2,4 % chez les travailleurs exposés à moins d'une F/cm³/an, de 5,0 % chez les travailleurs exposés de 1 à 10 F/cm³/an, et de 12,5 % chez les travailleurs exposés à plus de 10 fibres/cm³/an par an. La consommation de tabac était similaire dans chaque groupe d'exposition.

Une mise à jour de cette étude a été réalisée en 2004 auprès des employés disposant de radiographies pulmonaires pour la période 2002-2005 (N = 280) (Rohs *et al.* 2008). Les images radiographiques ont été analysées par 3 lecteurs expérimentés en utilisant la classification ILO de 2000. La présence d'anomalie(s) pleurale(s) et parenchymateuse(s) était confirmée si elle était

déclarée positive au minimum par deux des trois lecteurs. Cette étude a mis en évidence une augmentation de la fréquence des anomalies pleurales et parenchymateuses par rapport à la première étude. Cette augmentation est liée à la durée de suivi et au temps de latence nécessaire au développement des lésions. Des épaississements pleuraux ont été observés chez 28,7 % des travailleurs, et des petites opacités chez 2,9 % des travailleurs. Le risque relatif d'anomalies était augmenté avec l'exposition cumulée aux « fibres », après ajustements sur l'âge, la date d'emploi et l'IMC. La présence d'épaississements pleuraux était positivement associée à l'âge et au fait d'avoir été employé avant 1973, mais pas à l'IMC ou à la consommation de tabac.

10.2.4.4 Cohorte des habitants de la ville de Libby (Montana, USA)

Une étude de mortalité et plusieurs études sur la santé respiratoire ont été conduites auprès des habitants de la ville de Libby. Il existe peu de données de mesure objective d'exposition dans le cadre de ces études. Les critères d'éligibilité étaient basés sur le lieu de résidence, d'emploi, ou de pratique de différentes activités dans la ville de Libby. Ces études incluent donc des travailleurs des mines et moulins de Libby. Des mesures ont par ailleurs été réalisées par Brattin (2002) afin de déterminer l'exposition des résidents de Libby aux LA. Ils ont conclu que la distribution en taille des particules collectées était la même que celle prélevée lorsque la mine fonctionnait.

10.2.4.4.1 *Etude de mortalité*

L'ATSDR a réalisé une étude de cohorte rétrospective afin d'identifier les causes de mortalité des habitants de la ville de Libby ou résidant dans le comté de Lincoln (géocodage de l'adresse au moment du décès) (ATSDR, 2002). La période de suivi s'étendait de 1979 à 1998. Au total, 413 décès pour lesquels des certificats et un géocodage de l'adresse étaient disponibles ont été identifiés. Des SMR ont été calculés en fonction du lieu de résidence des personnes incluses dans l'étude. Deux populations de référence ont été considérées : la population de l'Etat du Montana et celle des USA dans son ensemble. Les résultats de cette étude ont mis en évidence des excès de décès par pathologies respiratoires non cancéreuses et cancéreuses chez les résidents de la ville de Libby et du Comté de Lincoln. Les excès les plus importants concernaient les décès par asbestose :

- Population de référence : Montana : SMR = 40,5 (IC_{95%} = 13,2 – 95,3) pour les habitants de Libby et SMR = 36,3 (IC_{95%} = 18,1 – 64,9) pour les habitants de comté de Lincoln.
- Population de référence : USA : SMR = 63,5 (IC_{95%} = 20,5 - 148) pour les habitants de Libby et SMR = 59,8 (IC_{95%} = 29,8 - 107) pour les habitants du comté de Lincoln.

Les auteurs indiquent que l'excès de mortalité par pathologies respiratoires cancéreuses et non cancéreuses est principalement observé chez les anciens travailleurs des mines et moulins de Libby.

Trois cas de décès par mésothéliome ont été identifiés chez des sujets résidants dans la région de Libby au moment de leur décès. Huit autres cas ont été identifiés mais n'ont pas été pris en compte car les sujets ne résidaient pas à proximité de la ville de Libby au moment de leur décès.

10.2.4.4.2 *Etude transversale sur la santé respiratoire*

La principale étude a été conduite par l'ATSDR de juillet à novembre 2000 puis de juillet à septembre 2001 (ATSDR, 2002). Au total, 7 307 participants ont été inclus dans l'étude. Les critères d'éligibilité étaient basés sur le lieu de résidence, le lieu de l'emploi ou le fait d'avoir été présent dans la ville de Libby au moins 6 mois avant 1991. Au total, 19 « scénarios d'exposition » ont été définis en fonction des activités des participants de l'étude. Parmi les 7 307 participants, 6 668 sujets disposaient de radiographies pulmonaires interprétables. Cette étude a mis en évidence des anomalies pleurales chez 17,9 % des participants, avec une prévalence augmentant avec le nombre de « scénarios d'exposition » auxquels ont été exposés les participants. Des tests de spirométrie ont également été réalisés et ont mis en évidence une diminution de la capacité vitale forcée (FVC < 70 %) chez 2,2 % des hommes et 1,6 % des femmes de plus de 17 ans.

Les autres études décrites dans le rapport de l'US EPA ont été conduites à partir de la cohorte définie par l'ATSDR :

- Weill *et al.* (2011) ont restreint leur étude aux participants âgés de 25 à 90 ans, en excluant les sujets ayant été employés dans des industries les ayant potentiellement exposés à l'amiante (N = 4 397). Les résultats ont été analysés par catégorie d'âge et par profil d'exposition (N = 5) : exposition professionnelle dans les mines et moulins de vermiculite chez les personnes employées directement par les exploitants ou chez les contractuels, exposition professionnelle à la vermiculite à d'autres postes, exposition professionnelle à des poussières, exposition domestique, exposition environnementale. Pour chaque « profil d'exposition », la prévalence d'anomalies pleurales et parenchymateuses augmentait avec l'âge, les prévalences les plus élevées étant observées pour les travailleurs des mines et moulins de Libby. Des tests de spirométrie ont également été réalisés et ont mis en évidence une diminution de la capacité vitale forcée, associée positivement à la présence de plaques pleurales.
- Vinikoor *et al.* (2010) ont restreint leur étude aux sujets de moins de 18 ans en 1990, de façon à exclure tous les sujets potentiellement exposés à la vermiculite dans un cadre professionnel. Au total, 1 003 adolescents (≤ 18 ans en 1990) ont été invités à compléter un questionnaire sur la survenue de symptômes respiratoires et ont réalisé un test de spirométrie. Les participants de l'étude ont ensuite été classés en 3 catégories en fonction de leurs activités. Les sujets n'ayant aucune activité susceptible de les exposer à la vermiculite constituaient le groupe témoin. Les résultats des tests de spirométrie ont été classés « normaux » chez 90,5 % des participants, « obstructifs » chez 6,3 % des participants, « restrictifs » chez 3 % des participants et « mixtes » chez 0,2 % des participants. Les prévalences des symptômes respiratoires n'étaient pas significativement différentes entre les groupes exposés et le groupe témoin.

10.2.4.5 Synthèse et conclusions sur les études relatives aux mines de vermiculite

En conclusion, l'analyse réalisée par l'US EPA confirme le potentiel cancérigène des amphiboles de Libby. Les résultats des différentes études analysées sont concordants, et montrent des excès de décès par pathologies respiratoires cancéreuses et non cancéreuses, ainsi que des excès de mésothéliomes chez les travailleurs des mines et moulins de Libby associés de façon positive à l'exposition aux « fibres ». Des excès d'anomalies pleurales et parenchymateuses et, dans certains cas, des anomalies de la fonction respiratoire sont également rapportés dans plusieurs études. Les « fibres » correspondent à un mélange d'amphiboles, composé majoritairement de winchite et de richtérite, présentes dans la vermiculite sous différents faciès allant de morphologies « prismatiques » à « asbestiformes ». Ces études ne permettent donc pas de distinguer les effets propres aux fragments de clivage ayant les dimensions d'une « fibre », de ceux des particules asbestiformes.

10.2.5 Etudes relatives à la fluoro-édénite

La fluoro-édénite ($\text{NaCa}_2\text{Mg}_5(\text{Si}_7\text{Al})\text{O}_{22}\text{F}_2$) est une amphibole calcique du groupe des édénites. Elle a été classée initialement comme une phase intermédiaire entre la trémolite et l'actinolite (Comba *et al.* 2003 ; Mazziotti-Tagliani *et al.* 2009). Elle est retrouvée dans des cavités de lave benmoréitique. Sa principale occurrence est rapportée dans les roches volcaniques altérées, sur les flancs du Mont Etna, à Biancavilla (Sicile, Italie).

Dès les années 90, des excès de mésothéliomes chez les habitants de la région de Biancavilla ont été rapportés dans le cadre du programme national de surveillance épidémiologique des mésothéliomes en Italie, ce qui a conduit les autorités sanitaires à mener une série d'études pour évaluer l'exposition de ces sujets à l'amiante, et confirmer les diagnostics. La poursuite du programme de surveillance du mésothéliome a confirmé les excès de mésothéliome. L'exposition à l'amiante (exposition professionnelle ou exposition à l'amiante ajouté intentionnellement dans des produits manufacturés) n'est pas susceptible d'expliquer ces excès. L'hypothèse d'un lien

entre l'exposition à la fluoro-édénite liée à l'exploitation d'une carrière à Monte Calvario, au nord-est de Biancavilla, et l'excès de mésothéliomes a été émise dans plusieurs études. Cette carrière a été exploitée principalement dans les années 1960-1970 pour la production locale de matériaux de construction (murs, plâtre, mortier et agrégats) (Paoletti *et al.* 2000).

10.2.5.1 Données géologiques et minéralogiques

L'analyse des matériaux extraits de la carrière de Monte Calvario a révélé la présence de fluoro-édénite sous forme prismatique et aciculaire (cf. figure 5). Ces différentes morphologies ont été identifiées dans les pores des laves altérées, très friables, en association avec de l'hématite. Des amphiboles asbestiformes ou fibreuses ($D < 1 \mu\text{m}$ (200 à 600 nm) et $L > 10 \mu\text{m}$ (jusqu'à 150 μm)), de composition proche de celle de la fluoro-édénite ont été identifiées dans des dépôts pyroclastiques, à proximité de Monte Calvario (cf. figure 5c) (Gianfagna et Oberti, 2001 ; Gianfagna *et al.* 2003 ; Mazziotti-Tagliani *et al.* 2009 ; Bruni *et al.* 2014).

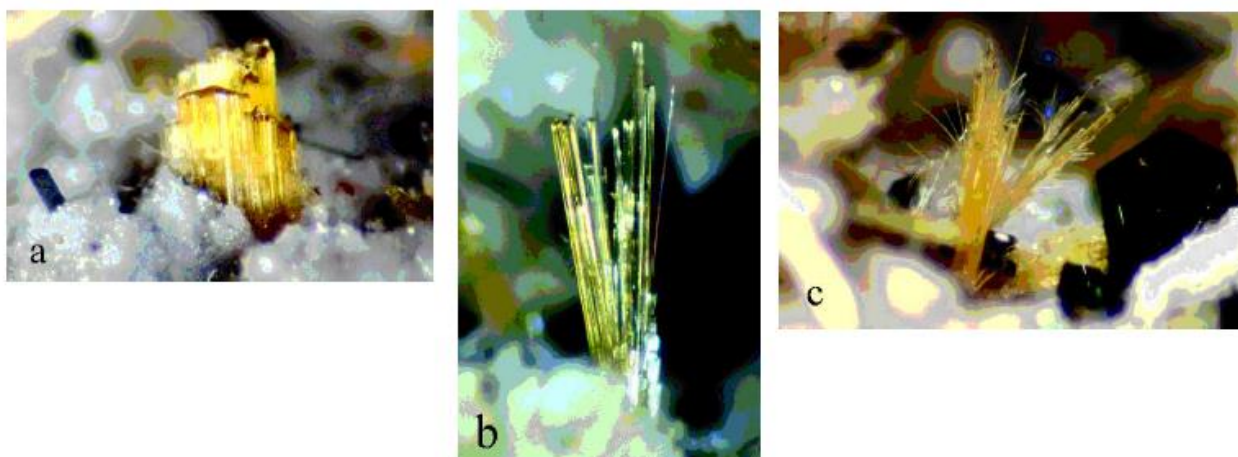


Figure 5 : Morphologies de fluoro-édénite observées en microscopie (d'après Gianfagna *et al.* 2003)

10.2.5.2 Concentrations en fluoro-édénite dans l'air et dans le sol

Bruni *et al.* (2014) ont réalisé une synthèse des études (publiées et non publiées) portant sur les analyses de fluoro-édénite dans l'air (intérieur/extérieur et prélèvements individuels) et dans les sols de la région de Biancavilla. Pour cette synthèse, les concentrations et les caractérisations chimiques des « fibres » ont été effectuées en STEM-EDS. La composition chimique, la structure cristalline et la caractérisation spectroscopique des « fibres » ont été obtenues par une approche multi-analytique : la diffraction des rayons X, les spectroscopies Mössbauer et l'infrarouge par transformation de Fourier, en plus du STEM-EDS.

En 2000, une première étude a évalué les niveaux de « fibres » dans l'air (intérieur et extérieur) et dans les matériaux de construction d'édifices de Biancavilla (plâtres et mortiers), du fait que des matériaux provenant de la carrière du Monte Calvario ont été largement utilisés pour la construction urbaine depuis 1950.

Dans l'air, les concentrations d'amphibole varient de 0,4 à 8,2 F/L (moyenne de 1,76 F/L). Des concentrations atteignant 93 à 183 F/L ont été mesurées durant des périodes de circulation intense sur des pavés non couverts. Pour la même période, les concentrations pour des environnements intérieurs ont varié d'inférieur à 0,4 à 4,8 F/L (moyenne de 1,18 F/L). Une deuxième étude menée en 2000 sur l'exposition personnelle de travailleurs à l'extérieur (policiers affectés à la circulation et éboueurs), a montré des concentrations variant de 0,4 à 4,6 F/L. Les niveaux les plus élevés ont été associés avec le travail dans des zones où se situent des routes non pavées.

Après l'implantation de mesures de réduction de la poussière en 2001, dont le pavage des routes, une deuxième évaluation, en 2004-2005, a démontré l'efficacité des interventions de nettoyage, avec des concentrations dans l'air extérieur variant de 0,01 à 4,19 F/L (moyenne de 0,35 F/L).

Depuis 2009, l'Agence environnementale régionale de Sicile (ARPA) procède à des évaluations en continu, une à trois fois par semaine. Leurs résultats révèlent une tendance à la baisse des concentrations dans l'air avec une moyenne de 0,46 F/L, en 2009, et de 0,1 F/L, en 2013, avec quelques pics observés lors de travaux d'excavation ou lors de conditions météorologiques spécifiques.

Dans les matériaux, des « fibres » amphiboles ont été détectées dans tous les échantillons des édifices construits avant 1960, dans 70 % des échantillons des édifices construits entre 1960 et 1990, et dans 40 % des échantillons des édifices construits après 1990. Il n'y a plus eu d'utilisation de ce matériau après 1999 (Bruni *et al.* 2006).

La population de Biancavilla a donc été exposée, entre 1950 et 1990, à des « fibres » d'amphibole, tant à l'intérieur qu'à l'extérieur. Les expositions ont été les plus élevées entre 1950 et 1970, quand des matériaux de la carrière du Mont Calvario ont été largement utilisés pour la construction.

10.2.5.3 Effets sanitaires liés à l'exposition à la fluoro-édénite

Les études relatives à la fluoro-édénite ont été revues par le CIRC en octobre 2014, qui a classé cette substance dans le groupe 1 « l'agent est cancérigène chez l'Homme », en raison de niveaux de preuves suffisants chez l'Homme. Les conclusions du CIRC ont été publiées dans le volume 15 du Lancet de décembre 2014 (IARC, 2014). L'évaluation complète sera publiée dans la monographie 111 du CIRC.

Cette évaluation s'appuie notamment sur une série d'études réalisées à partir des données du programme de surveillance du mésothéliome en Italie. La mise à jour la plus récente de ces données a été publiée dans l'étude de Bruno *et al.* (2014), qui a revu l'ensemble des cas de mésothéliomes déclarés dans la communauté de Biancavilla sur la période 1988-2011. Au total 45 cas de mésothéliomes ont été déclarés sur cette période (17 cas avant 1998 et 28 cas après 1998). Pour la période 1988-1998, 9 des 17 cas de mésothéliomes ont été confirmés par des pathologistes expérimentés après examen des données histologiques (pour les 8 autres cas, les données disponibles se limitaient aux certificats de décès ou à des données cliniques). Parmi les 17 cas, seules deux personnes ont été employées pendant de brèves périodes dans des industries susceptibles d'avoir utilisé de l'amiante. Aucune exposition professionnelle à l'amiante n'a été identifiée pour les autres cas (à noter que les informations n'étaient pas disponibles pour un cas).

Depuis 1998, la mise en place du registre national des mésothéliomes a standardisé la procédure de classification des mésothéliomes par niveaux de certitude de diagnostic (certain, probable, possible)³⁹. De 1998 à 2011, 28 cas de mésothéliomes « certains », « probables » ou

³⁹ 1. "certain malignant mesothelioma" characterized by the following condition: microscopic examination on material (histological or cytological with centrifugation of the sediment) enclosed in paraffin, with characteristic morphological pattern

(1.1) with immunohistochemistry or

(1.2) immunohistochemistry not carried out or not defined;

2. "probable malignant mesothelioma"

(2.1) with histological or cytological examination with enclosure in paraffin carried out, but which did not give a result indicating mesothelioma in a clear and reliable way (doubtful case) or

(2.2) with cytological examination not enclosed in paraffin, with characteristic pattern and report expressed in terms clearly indicative of mesothelioma;

3. "possible malignant mesothelioma"

(3.1) characterized by indicative clinical and radiological data with diagnosis of discharge of mesothelioma or

(3.2) Death Certificate Only (DCO) with presence on the death certificate of the term "mesothelioma".

« possibles » ont été déclarés à Biancavilla. Deux des 28 cas ont été exclus de l'analyse car ils ne résidaient pas à Biancavilla au moment du diagnostic. Parmi les 26 cas restants, les données disponibles indiquent que 8 sujets n'ont jamais été exposés professionnellement à l'amiante. Parmi les autres sujets, aucune exposition professionnelle à l'amiante n'a été identifiée de façon formelle :

- Un sujet a travaillé dans une industrie où de l'amiante était utilisé ;
- Trois sujets ont été employés dans des secteurs industriels où de l'amiante a pu être utilisé ;
- Un sujet a refusé d'être interviewé ;
- Les données étaient insuffisantes pour deux sujets (à noter que l'un des deux sujets a travaillé de façon transitoire dans la carrière de Monte Calvario).

L'analyse du calendrier professionnel est en cours pour les 11 autres cas.

L'âge moyen au moment du diagnostic est de 60 ans chez les hommes et 70 ans chez les femmes. Deux cas de mésothéliomes du péritoine (un homme de 63 ans, et une femme de 65 ans) et 24 cas de mésothéliomes de la plèvre ont été diagnostiqués.

Des SIR ont été calculés en prenant comme population de référence la population sicilienne (hors habitants de Biancavilla). Les calculs des SIR sont présentés dans les tableaux 13 et 14.

Tableau 13 : Nombre de mésothéliomes observés et attendus dans la population de Biancavilla et SIR pour la période 1998-2011 (âge moyen au diagnostic) (d'après Bruni *et al.* 2014)

	Nombre de cas observés	Nombre de cas attendus	SIR	IC _{95%}
Mésothéliomes pleuraux				
Hommes	12	3,31	3,63	1,87-6,34
Femmes	12	0,94	12,75	6,59-22,00
Hommes et Femmes	24	4,25	5,65	3,62-8,41
Mésothéliomes péritonéaux				
Hommes et Femmes	2	0,25	7,92	0,96-20,00
Mésothéliomes pleuraux et péritonéaux				
Hommes	13	3,52	3,69	1,97-6,32
Femmes	13	0,99	13,08	6,97-22,00
Hommes et Femmes	26	4,51	5,76	3,76-8,44

Tableau 14 : Nombre de mésothéliomes observés et attendus dans la population de Biancavilla et SIR en fonction de l'âge pour la période 1998-2011 (d'après Bruni *et al.* 2014)

	Nombre de cas observés	Nombre de cas attendus	SIR	IC _{95%}
Age < 40 ans				
Hommes et Femmes	3	0,05	62,88	13,00-180,00
Age < 50 ans				
Hommes et Femmes	5	0,23	21,34	6,93-50,00
Age ≥ 50 ans				
Hommes	8	3,14	2,55	1,10-5,02
Femmes	11	0,88	12,56	6,27-22,00
Hommes et Femmes	19	4,01	4,74	2,85-7,39

Ces données indiquent des excès statistiquement significatifs de mésothéliomes chez les habitants de Biancavilla. Les SIR sont plus élevés chez les femmes. Quand les données sont stratifiées sur l'âge, les SIR les plus élevés concernent les sujets de moins de 40 ans. Ces résultats sont en faveur de facteurs de risques environnementaux plutôt que professionnels (IARC, 2014). De plus, la plupart des cas diagnostiqués n'avait pas d'historique d'exposition professionnelle à l'amiante.

10.2.5.4 Synthèse et conclusions sur les études relatives à la fluoro-édénite

En conclusion, les données revues par le CIRC confirment le potentiel cancérigène de la fluoro-édénite. Les données disponibles ne permettent cependant pas de distinguer les effets liés aux fragments de clivage de ceux des particules asbestiformes, les populations étant exposées à un mélange de différentes morphologies.

10.2.6 Etudes relatives au talc

Le talc est un minéral de composition chimique brute $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ formé à partir de l'altération ou du métamorphisme de roches existantes par des fluides contenant du silicium et/ou du magnésium. La composition chimique et la présence de minéraux associés, dont des amphiboles, peut varier substantiellement en fonction du type de roche originelle, et de la transformation géologique à l'origine de leur formation. En particulier, les dépôts de talc provenant de roches riches en dolomites siliceuses ou en magnésium, exploités dans l'Etat de New-York (USA), peuvent contenir de 30 à 70 % d'amphiboles asbestiformes et non asbestiformes.

Les données épidémiologiques relatives à l'exposition des travailleurs au talc ont été revues par l'Anses dans le cadre de l'expertise sur l'« évaluation des risques relatifs au talc seul et au talc contaminé par des fibres asbestiformes et non asbestiformes » (Anses, 2012).

Les études épidémiologiques revues dans le cadre de cette expertise ne mentionnent pas, le plus souvent, d'indications sur la contamination éventuelle ou non du talc étudié par des fibres asbestiformes ou non asbestiformes.

Dans certaines études sur le risque de mésothéliome, en lien avec l'exposition au talc en milieu professionnel, il existe des incertitudes touchant tant au diagnostic positif de mésothéliome qu'à la relation causale avec l'exposition au talc. L'établissement d'un lien de causalité éventuel est rendu difficile, en raison de la présence de facteurs de confusion, de l'exposition lors d'emplois antérieurs, et de la courte durée de latence entre le début des expositions et le moment de l'étude. Le faible taux d'incidence du mésothéliome et son temps de latence particulièrement long (estimé

à 30 à 40 ans selon les études) expliquent que, souvent, les études ne permettent pas de se prononcer sur le lien entre l'exposition au talc ne contenant pas de fibres asbestiformes et les mésothéliomes.

Les études portant sur le risque de survenue d'autres cancers en lien avec l'exposition au talc, montrent qu'il y a une augmentation significative du risque de cancer du poumon chez certains mineurs. Cependant, les données ne permettent pas de conclure sur l'existence d'un lien avec cette pathologie en raison de l'exposition simultanée à d'autres cancérogènes comme le radon, le quartz ou l'amiante. Dans les industries utilisatrices, la situation est encore plus confuse du fait de la présence de divers autres agents cancérogènes, et de la faiblesse des données d'exposition. De plus, la plupart des études et des évaluations publiées présentent des limitations importantes, dont le faible nombre de sujets au sein des cohortes, ou le faible nombre de cas. Aussi, les études épidémiologiques disponibles ne permettent pas de se prononcer sur l'existence d'un lien entre l'exposition au talc non contaminé par des fibres asbestiformes et le risque de cancer pulmonaire.

L'ensemble de ces éléments n'a pas permis à l'Anses de se prononcer sur les effets cancérogènes potentiels du talc contenant des fragments de clivage. Aucune nouvelle donnée apportant des éléments sur les risques liés à l'exposition au talc contenant des fragments de clivage d'amphiboles n'a été identifiée par le groupe de travail.

10.2.7 Autres études

Deux études ont été conduites auprès de travailleurs de l'industrie de l'extraction et de la transformation de la néphrite à Taiwan (Yang *et al.* 2013a et 2013b). La néphrite est un type de jade utilisée pour la fabrication d'objets ornementaux. Elle est composée d'amphiboles microcristalines décrites en introduction des études comme étant constituées majoritairement de trémolite se présentant sous forme massive « non asbestiforme ».

La première étude est une étude cas-témoins sur la prévalence de fibrose pulmonaire chez les travailleurs de l'Union des industries de la roche à Hualien (Taiwan) (Yang *et al.* 2013a). Cette étude inclut des travailleurs manipulant différents types de néphrite (néphrite « dark green », néphrite « waxy » et néphrite « cat's eye »), et des travailleurs manipulant d'autres types de roches (calcédoine, granite, marbre, calcite). Au total, 305 travailleurs ont été inclus dans l'étude, après exclusion des personnes ayant des antécédents de tuberculose pulmonaire, ou ayant travaillé au moins 10 ans dans le secteur de la construction de tunnel, l'industrie du grès, du ciment ou de la poterie, la fonderie ou le soudage de métaux, ou en tant que pompiers. Les participants ont été invités à répondre à un questionnaire sur l'historique médical et professionnel et la consommation de tabac. Une radiographie pulmonaire et un examen médical ont également été réalisés. Le diagnostic de fibrose pulmonaire était confirmé si des signes radiographiques de fibrose étaient observés (score de profusion > 1/1 selon la classification ILO de 2000) et si des râles crépitants pulmonaires étaient observés à l'auscultation. Des OR ont été calculés par type d'emploi (transformation de la néphrite, fabrication d'objets décoratifs, de bijoux, manufacture de matériaux de construction) et par type de matériaux manipulés (néphrite « dark green », néphrite « waxy », néphrite « cat's eye », calcédoine, granite, marbre, calcite). En parallèle, des analyses de matériaux par MOLP et par META ont été réalisées selon la méthode de l'EPA/600/R-93/116. Il est précisé par les auteurs que le terme « fibre » se réfère aux « minéraux cristallins allongés présentant des bords parallèles » alors que le terme « fragment de clivage » s'applique aux « particules minérales allongées présentant une construction quasi-cristalline ou des bords présentant des cassures, des ondulations, des dommages ou se désagrégant du fait d'une contrainte ». Le terme « asbestiforme » se rapporte « à un type particulier de fibres présentant des propriétés de résistance et de flexibilité », les « fragments de clivage », ne présentant pas ces propriétés, sont définis comme « non asbestiformes ».

Résultats : Un excès de fibrose pulmonaire a été rapporté chez les travailleurs transformant la néphrite (OR = 2,8 (IC_{95%} = 1,0 – 7,9) sans ajustement et OR = 2,9 (IC_{95%} = 0,9 – 9,2) après ajustement sur l'âge et la consommation de tabac). En considérant les différents types de néphrite manipulée, les OR étaient de 3,4 (IC_{95%} = 1,2 – 9,9) pour la néphrite « dark-green », de 4,0 (IC_{95%} = 1,2 – 13,9) pour la néphrite « waxy » et de 6,3 (IC_{95%} = 2,1 – 18,7) pour la néphrite « cat's eye »

après ajustement sur l'âge et la consommation de tabac. Un lien entre l'exposition cumulée à la néphrite et l'excès de fibroses pulmonaires est observé chez les travailleurs transformant la néphrite « dark green » et « cat's eye ». Les analyses en MOCP ont montré que les matériaux étaient composés d'amphiboles de la série de la trémolite-actinolite, avec un gradient de morphologie « fibreuse » et « asbestiforme » selon le type de néphrite manipulé, la néphrite « dark green » étant la moins « asbestiforme », et la néphrite « cat's eye » étant la plus « asbestiforme ». Après analyse par META, plus de 90 % du matériau analysé étaient des « particules minérales allongées », avec des rapports « fragments de clivage » : « fibre asbestiforme » de 90 : 10 pour la néphrite « dark green », de 60 : 40 pour la néphrite « waxy » et de 50 : 50 pour la néphrite « cat's eye ». Les rapports d'allongement moyen étaient de 11 pour la néphrite « dark green », de 12 pour la néphrite « waxy » et de 14 pour la néphrite « cat's eye ».

La deuxième étude, conduite par la même équipe, est une étude de cohorte portant sur la mortalité par cancer pulmonaire chez les travailleurs transformant la néphrite dans la ville de Hualien (Taiwan) (Yang *et al.* 2013b). Des analyses d'air et de matériaux ont été réalisées en parallèle. Les prélèvements de matériaux ont été analysés par MOLP selon la méthode de l'EPA 600R93-116 et les prélèvements d'air ont été analysés par MOCP et par META respectivement selon les méthodes du NIOSH 7400 et 7402. Les définitions associées aux « fibres », « fibres asbestiformes » et « fragments de clivage » sont les mêmes que dans l'étude précédente. La mortalité a été suivie sur la période 1979-2011, à partir des données du registre national. Des SMR ont été calculés pour évaluer la mortalité par cancer pulmonaire (CIM-9 code 162) en prenant comme population de référence la population taiwanaise résidant dans l'est de Taiwan.

Résultats : Un excès de décès par cancer pulmonaire est rapporté chez les travailleurs de la néphrite (SMR = 1,28 ; IC_{95%} = 1,12 – 1,45). Les analyses de matériaux ont montré que les échantillons étaient composés d'amphiboles de la série des trémolite-actinolite, présentes sous forme « asbestiforme » et de « fragments de clivage ». Dans l'air, les concentrations sur 8 h en « particules minérales allongées » sont en moyenne égales à 1,4 F/cm³.

En conclusion, ces études ne permettent pas de distinguer les effets liés aux fragments de clivage de trémolite-actinolite de ceux des particules de trémolite-actinolite abestiformes, les populations étant exposées à un mélange de différentes morphologies.

10.3 Données toxicologiques

10.3.1 Méthodologie

Les études toxicologiques (*in vivo* et *in vitro*) ont été identifiées à partir d'une recherche sur les bases de données Scopus et Pubmed à partir des mots clefs suivants : « amphibole », « nonasbestiform », « cleavage fragment », « elongated mineral particle », « elongated fiber », « toxicity », (revue des données disponibles jusqu'en juin 2015). Une recherche a également été effectuée à partir des noms des espèces d'amphiboles ou des familles d'amphiboles ciblées dans ces travaux. La principale difficulté rencontrée dans l'analyse des études est que celles-ci ne renseignent pas toujours les caractéristiques morphologiques ou dimensionnelles (distribution granulométrique) des particules minérales, ou ne fournissent pas d'images en microscopie des échantillons testés. De ce fait, le GT s'est attaché à relire l'ensemble des études identifiées grâce à une grille de lecture renseignant les éléments relatifs à la description des fibres et des données métrologiques, à l'origine des fibres (secteurs, milieux analysés) et à la qualité générale de l'étude, afin de rechercher celles pour lesquelles des données complètes de morphologie ou des images de microscopie permettaient d'identifier des fragments de clivage. Seules les études suffisamment décrites, ou concernant spécifiquement les fragments de clivage tels que décrits par les auteurs sont reprises dans ce chapitre. Les études relatives aux amphiboles de Libby (cf. chapitre 10.2.4) ont également été prises en compte dans la mesure où les échantillons testés correspondent à des mélanges de particules minérales de différentes morphologies, incluant des fragments de clivage, selon les données de la littérature (Lee, 2002 ; Meeker *et al.* 2003 ; Hillegass *et al.* 2010). La grille de lecture de l'ensemble des articles est disponible en annexe 9 du rapport. Pour rappel,

les termes relatifs aux particules minérales, tels que rapportés dans les différentes études, sont indiqués entre guillemets.

10.3.2 Synthèse des données disponibles

10.3.2.1 Revue de la littérature sur la toxicité des fragments de clivages

Aucune étude portant spécifiquement sur la toxicité des fragments de clivage n'a été identifiée dans la littérature. Les études disponibles avaient pour objectif de comparer la toxicité relative d'échantillons de particules minérales de morphologie différente, telles que des fibres, au sens de l'OMS, et des particules isométriques, ou des amiantes à d'autres amphiboles.

Parmi les études identifiées, quatre revues de la littérature concluent à la moindre toxicité des « fragments de clivage » (Ilgren, 2004 ; Addison et McConnell, 2008 ; Mossman, 2008 ; Williams *et al.* 2013). Ces articles ont été analysés, afin de préciser la nature des fragments de clivage testés.

Ilgren (2004) a réalisé une revue de la littérature sur 1/ les différences de propriétés de surface (résistance à la tension, dissolution, comportement sous broyage et charge de surface) et de structure des « fragments de clivage » d'amphiboles et des « fibres d'amiante asbestiformes » ainsi que l'impact de ces différences d'un point de vue biologique, et 2/ les études épidémiologiques et toxicologiques (*in vitro et in vivo*) sur les effets des « fragments de clivage » chez l'Homme, l'animal, ou en culture cellulaire.

Concernant le point 1, l'auteur conclut que les différences de structure et de surface sont pertinentes biologiquement à savoir que les « fragments de clivage » n'avaient pas de « dimensions extrêmes » et présentent une moindre biopersistance et une meilleure capacité à être éliminés/dissous par les macrophages : ces trois facteurs modulant la toxicité (fibres longues, biopersistance, rétention). Ce dernier point est discutable car, à la connaissance du GT, si les relations entre ces paramètres et la toxicité sont reconnus, ces différences de propriétés entre les fragments de clivage et les fibres asbestiformes restent suggestives et non démontrées, en particulier la biopersistance et l'épuration.

Concernant le point 2, les auteurs concluent que les études toxicologiques disponibles démontrent que les « fragments de clivage » ne sont pas cancérogènes. Plusieurs des études *in vitro* citées ont été reprises dans l'étude de Mossman (2008) (cf. ci-dessous). Les autres études ont été revues par le GT et n'apportent pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre. Concernant les études *in vivo*, les références citées renvoient souvent à l'une des précédentes revues de l'auteur. L'étude de Davis *et al.* (1991), citée par Ilgren (2004) est discutée dans la suite du rapport.

Il est également important de noter que l'étude de Ilgren (2004) comporte de nombreuses références non publiées.

Addison et McConnell (2008) s'appuient, entre autres, sur les travaux de Smith *et al.* (1979) et de Wagner *et al.* (1982) pour conclure que les « amphiboles prismatiques » ou les « fragments de clivage » sont nettement moins actifs que les « amphiboles asbestiformes ». Pour Addison et McConnell (2008), ces études présentent des limites dues à la survie limitée des animaux et à la distribution de taille des particules, non informative. Cependant, ils considèrent que les deux études n'ont pas montré de potentiel toxique pour les amphiboles prismatiques. Ces articles ont été revus par le GT (cf. annexe 9) et sont décrits ci-dessous.

L'étude de Smith *et al.* (1979) a consisté en des injections intrapleurales de 4 types de « fibres » chez le hamster. Il n'y a pas de donnée sur les caractéristiques dimensionnelles des particules, ni sur le nombre d'animaux traités, et la durée de survie des animaux n'est pas clairement définie. De plus, l'auteur indique que les cellules prélevées dans certains mésothéliomes contenaient des particules virales de type C. Sur les quelques données disponibles dans l'article, les échantillons qui n'ont pas induit de tumeurs (échantillons 14 et 275) étaient pauvres en particules longues et fines; le diamètre des particules était en moyenne de 0,4 µm, avec quelques particules ayant une forme « fibreuse ». Compte tenu du manque de précisions sur le matériel et la méthodologie, il

n'est pas justifié de considérer cet article comme apportant des informations sur la toxicité relative des fibres asbestiformes et des fragments de clivage.

Concernant l'étude de Wagner *et al.* (1982), portant sur le potentiel cytotoxique et cancérigène d'échantillons de trémolite, ce sont en fait deux études différées dans le temps qui ont été réalisées. Ces deux travaux ont consisté en des injections intrapleurales, chez le rat. Dans la première étude, un échantillon de talc provenant de dépôts de Californie contenant 62 % de talc et 38 % de trémolite, sans précision sur sa forme asbestiforme ou non (échantillon A - trémolite de Californie) n'a pas induit de tumeurs, contrairement au chrysotile (62 %). Dans la seconde étude, marquée par une réduction de la survie due à une infection des animaux, deux échantillons de trémolite de Greenland et de Corée du Sud (respectivement échantillons B et C), ont été testés. L'échantillon de trémolite de Greenland (échantillon B) n'a pas montré de potentiel cytotoxique ou cancérigène (si l'on ne tient pas compte de la mortalité par infection), alors que l'échantillon de trémolite de Corée du Sud (échantillon C) s'est révélé à la fois cytotoxique et cancérigène (induction de 30 % de mésothéliomes). Toutefois, et d'après les calculs de Addison et McConnell (2008), le nombre de « fibres » dans chaque échantillon injecté est différent. Le rapport du nombre de « fibres » injectées pour les échantillons de Corée du Sud (échantillon C) et de Californie (échantillon A) est de 55 pour les « fibres » totales, et de 33 pour les « fibres » de longueur strictement supérieure à 8 µm et de diamètre strictement inférieur à 1,5 µm. Ces données ne donnent pas d'argument pour répondre à la question des effets différentiels de fibres asbestiformes et des fragments de clivage car la morphologie des minéraux n'est pas précisée dans l'article.

Addison et McConnell (2008) discutent également les interprétations des résultats des études de Stanton *et al.* (1981) et Davis *et al.* (1991 et 1986). Les différences de cancérigénicité des échantillons testés dans ces études sont interprétées par rapport aux caractéristiques dimensionnelles des particules minérales. Concernant l'étude de Davis *et al.* (1991), Addison et McConnell (2008) considèrent que les échantillons « Dornie » et « Shiness » ne poseraient pas de risque de mésothéliome. En effet, ces échantillons sont moins cancérigènes que les autres, sur une base pondérale, mais là encore, le nombre de fibres dans les échantillons « Dornie » et « Shiness » auquel les animaux ont été exposés est nul pour les « fibres » dites « Stanton », et n'apporte donc pas d'information pour la comparaison sur la toxicité relative des particules asbestiformes et des fragments de clivage. L'étude de Davis *et al.* (1991) est détaillée dans la suite du rapport. Les études de Stanton *et al.* (1981) et de Davies *et al.* (1986) n'apportent pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage (cf. annexe 9)

Selon la revue de la littérature réalisée par Mossman, (2008), les « fragments de clivage » de dimension respirable (*i.e.* « ayant un diamètre inférieur à 3 µm ») sont généralement non pathogènes dans les études animales, et moins réactifs et cytotoxiques que les « fibres asbestiformes ». Les articles cités en référence ont été analysés et il apparaît que ces travaux ont été effectués avec des « fragments de clivage » dont les dimensions ne correspondent pas à celles d'une fibre (cf. annexe 9). En résumé, soit les études référencées ne fournissent pas de données granulométriques (Palekar *et al.* 1979), soit les dimensions rapportées ne concernent que le diamètre (Woodworth *et al.* 1983 ; Hansen et Mossman, 1987 ; Sesko et Mossman, 1989 ; Mossman et Sesko, 1990 ; Janssen *et al.* 1994 ; Janssen *et al.* 1997a ; Goldberg *et al.* 1997). Les particules auxquelles l'amosite et la crocidolite sont comparées, respectivement la grunérite et la riebeckite, décrites par les auteurs comme des « fragments de clivage », sont en fait des particules isométriques, non allongées, comme cela est précisé dans certaines études (« riebeckite, a nonfibrous chemically similar analog of crocidolite », Goldberg *et al.* 1997), ou comme en témoignent les images en META disponibles dans d'autres études (Hansen et Mossman 1987). Dans une des études citées, l'effet de « fibres » de crocidolite a été comparé à celui d'un échantillon de talc (FD14) (Wylie *et al.* 1997). Il est mentionné que l'échantillon FD14 contient des « fragments de clivage » de trémolite, mais cet échantillon est hétérogène : talc (62 %), amphiboles surtout trémolite (24 %) et "talc amphibole" 14 %. La comparaison de l'activité des échantillons est difficile, du fait de cette hétérogénéité et du nombre de « fibres » différent entre les échantillons, celui de crocidolite comprenant davantage de « fibres » que celui de FD14, par unité de masse. Ainsi, la conclusion de l'article de Mossman, (2008) indiquant « que les résultats

représentent un corpus important de travaux montrant que les minéraux non asbestiformes sont moins actifs que les fibres d'amiante, dans un certain nombre de tests biologiques *in vitro*. Dans la plupart des tests, ces fragments de clivage ou les minéraux non fibreux sont virtuellement inactifs»⁴⁰ est légitime pour les particules minérales non allongées (isométriques), mais n'est pas justifiée pour les fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.

Plus récemment, **Williams et al. (2013)** ont réalisé une revue des études toxicologiques et épidémiologiques relatives aux effets sanitaires des amphiboles asbestiformes et non asbestiformes. Les auteurs évoquent un risque très supérieur des particules asbestiformes, mais sans écarter une toxicité des particules non asbestiformes. Il n'y a pas de données de comparaison disponibles entre fibres et fragments de clivage. Sur le plan toxicologique, les études *in vivo* et *in vitro* citées sont les mêmes que celles citées dans les revues d'Ilgren (2004), d'Addison et McConnell (2008) et de Mossman (2008).

10.3.2.2 Etudes *in vivo* et *in vitro* sur les fragments de clivage

L'étude de **Palekar et al. (1979)** est fréquemment citée dans les revues traitant de la toxicité des « fragments de clivage ». L'objectif de cette étude était d'évaluer le rôle des propriétés physico-chimiques de particules minérales de différentes morphologies sur des systèmes biologiques (évaluation de la lyse des érythrocytes de mouton et tests de cytotoxicité sur cellules ovariennes de hamsters chinois (CHO)). Quatre échantillons de cummingtonite-grunérite de différentes morphologies ont été testés :

- Grunerite « asbestiforme » (UICC amosite) ;
- Grunerite « aciculaire » (Canada) ;
- Cummingtonite « semi-asbestiforme », (Dakota du sud. Cet échantillon est décrit comme ayant des caractéristiques intermédiaires par rapport à l'échantillon d'amosite UICC « asbestiforme » et les échantillons « aciculaires ». Cet échantillon présente un aspect « fibreux », mais pas « ostensiblement asbestiforme ») ;
- Cummingtonite « aciculaire » (Dakota du sud).

Les mesures indiquent des dimensions non inhalables d'une longueur de 0,5 à 10 millimètres. Par ailleurs, des mesures de surface spécifique et du potentiel zeta, et une analyse de la composition chimique ont été effectuées. Les résultats de l'étude montrent que, à surface comparable, l'hémolyse et la cytotoxicité sont inversement proportionnelles au degré de développement du caractère asbestosique (grunérite « asbestiforme » > cummingtonite « semi-asbestiforme » > cummingtonite « aciculaire » > grunérite « aciculaire »). Toutefois, il n'y a pas d'analyse statistique. Une relation entre les dimensions des particules et l'activité (hémolyse et cytotoxicité) est observée pour la grunerite « aciculaire » (broyage), mais le broyage augmente l'hémolyse. En effet, les échantillons contenant des particules de taille importante étaient inertes, alors que les échantillons contenant des particules de petites tailles étaient cytotoxiques et induisaient une hémolyse. Aucune relation entre les propriétés de surface (charge) et l'activité des particules n'a été observée. Ces résultats ne sont pas informatifs sur la toxicité des fragments de clivage, en dépit des différents types de particules étudiées, par manque de données précises sur les caractéristiques dimensionnelles et sur le nombre de fibres.

Parmi les études citées dans les revues bibliographiques sur la toxicité des fragments de clivage, celle de **Davis et al. (1991)** est celle apportant le plus d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage.

Dans cette étude, la toxicité relative de six échantillons de trémolite lors d'injections intrapéritonéales chez le rat (injections intra-péritonéale 10 mg/rat) a été évaluée. Les échantillons étaient constitués de particules présentant différentes morphologies (cf. tableau 15 et figure 6) ;

⁴⁰ « The results summarized above represent a large body of work showing that nonasbestiform minerals are less potent than asbestos fibers in a number of *in vitro* bioassays. In most assays, these cleavage fragments or non-fibrous minerals are virtually inactive ».

tous contenaient des « fragments de clivage », en proportion plus ou moins élevée. Trois échantillons étaient constitués de « fibres asbestiformes » (« California », « Korea », « Swansea »), et trois de fragments allongés avec toutefois des rapports d'allongement supérieurs à 3 (« Italian », « Dornie », « Shinness »). Les échantillons ont été traités pour être injectés :

- Génération de fractions respirables, sans traitement (échantillons 1-3) ;
- Séparation des fractions les plus grosses et des faisceaux plus longs, puis génération de fractions respirables (échantillon 4) ;
- Lavage à l'eau pour éliminer le matériel organique et décantation dans l'eau (échantillon 5) ;
- Sélection manuelle des cristaux puis broyage dans l'eau distillée, filtration et séchage (échantillon 6).

Les données sur le nombre de « fibres » sont résumées dans le tableau 15.

Tableau 15 : Caractéristiques des échantillons de trémolite injectés par voie intrapéritonéale chez le rat et fréquence de mésothéliomes (d'après Davis *et al.* 1991)

	Origine	Type	Nombre de fibres injectées (*x10 ⁵), pour 1 mg	Nombre de fibres (D < 0,25 ; L > 8 µm) injectées (*x10 ⁵) pour 1 mg	Nombre de particules injectées (*x10 ⁵) pour 1 mg	Nombre de mésothéliomes (%) [Survie, jours]	Danger relatif estimé (log)
1	California, from Jamestown	Asbestiforme, « flexible, strong and fairly elastic » ; fibres fines, difficiles à séparer ; apparence mate - Typique, extinction droite en LP ; quelques fragments extinction oblique indiquant des fragments de clivage	13 430	121	18 375	36 (100) [301]	0,83
2	Korea	Asbestiforme, « flexible, strong and fairly elastic » ; a été fortement broyée et contient un peu de chrysotile ; apparence mate - Typique, extinction droite en LP ; quelques fragments extinction oblique indiquant des fragments de clivage, plus abondants que #1	7 791	48	13 435	32 (96,9) [428]	0
3	Swansea	Asbestiforme, « flexible, strong and fairly elastic » ; fibres fines et facilement séparables ; apparence mate - Typique, extinction droite en LP ; quelques fragments extinction oblique indiquant des fragments de clivage, plus abondants que #1	2 104	8	4 292	35 (97,2) [365]	0,56
4	Italian, from Ala di Stura	Large paquets de fibres longues (> 5 cm) en forme d'aiguilles, flexibles très élastiques et brillantes. Majoritairement fragments de clivage ; forte proportion de trémolite non fibreuse.	1 293	1	20 137	24 (66,6) [755]	-1,6
5	Carr Brae, Dornie, Ecosse	Brillante ; poudre très fine ; contient marbre, dolomite, silicates de calcium - Majoritairement fragments de clivage ; forte proportion de trémolite non fibreuse.	899	0	9 490	4 (12,1) [sacrifiés]	-3,9
6	Shinness, Ecosse	Cristaux prismatiques d'environ 10 mm x 1 mm x 0,5 mm en agrégats massifs. Presque exclusivement fragments de clivage ; faible proportion de particules ≥ 3	383	0	5 901	2 (5,5) [sacrifiés]	-4,7

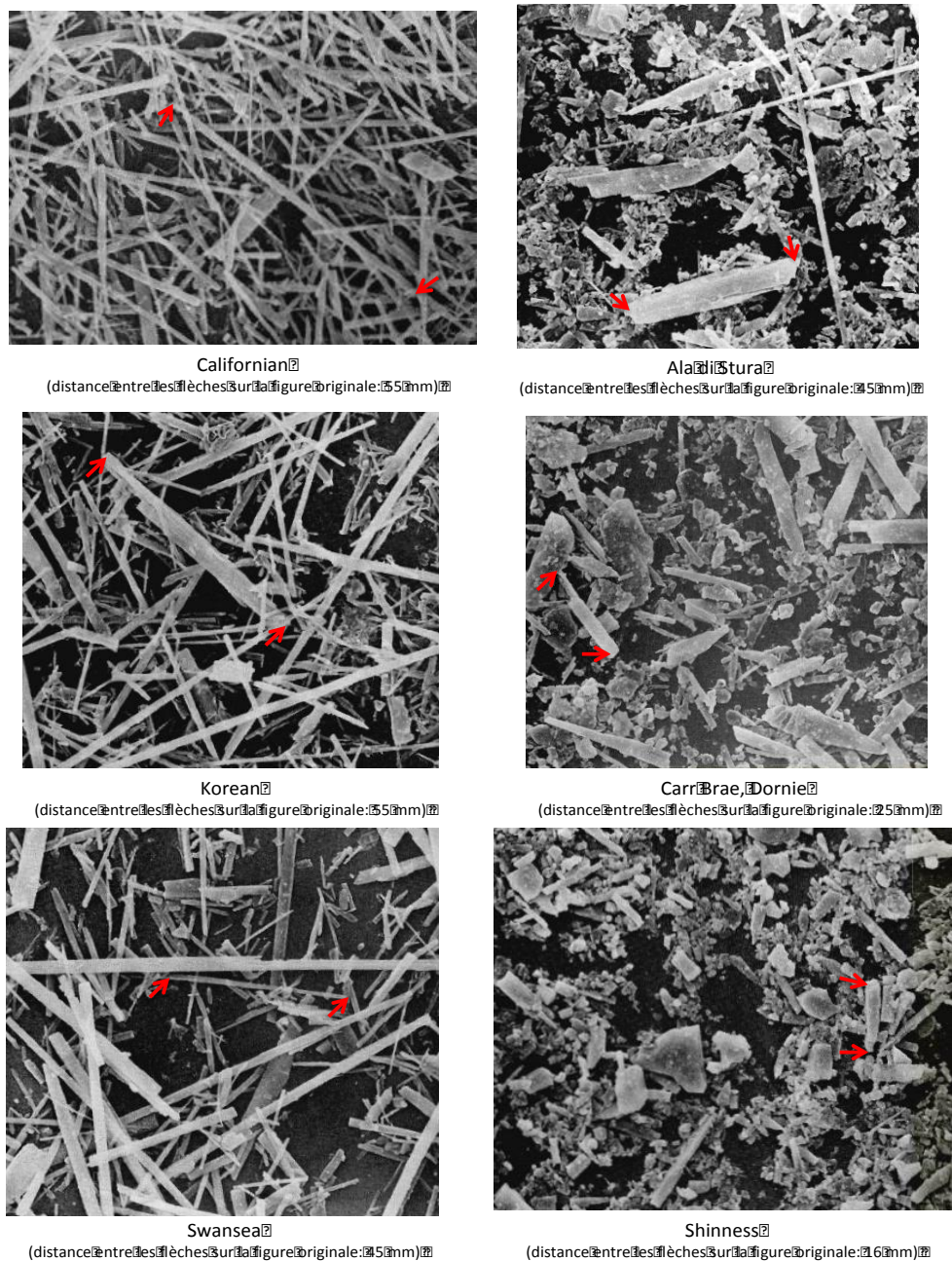


Figure 6 : Images en microscopie électronique à balayage des échantillons de trémolite testés dans l'étude de Davis *et al.* 1991 (d'après Davis *et al.* 1991)

Ces figures ont été copiées à partir de l'article, mais le grandissement n'a pas été strictement conservé au moment du collage, entre les figures. En conséquence, les distances indiquées correspondent à des mesures effectuées sur les figures de l'article et reportées ici.

Les échantillons 1 à 3 (« California », « Korea », « Swansea ») ont induit un nombre élevé de mésothéliomes (96,9 % - 100 %), et l'échantillon 4 (« Italian»), un pourcentage intermédiaire (66,6

%) (cf. tableau 16 et figure 7). Les échantillons 5 et 6 (« Carr Brae Dornie » et « Shinness ») étaient les moins tumorigènes. Les auteurs ont étudié les relations entre le risque de mésothéliome (fondé sur le pourcentage d'animaux développant un mésothéliome et sur le délai d'apparition de la tumeur), et les indicateurs des doses injectées (exprimés en nombre de « fibres », masse, concentration moyenne, concentration pondérale...). Ils ont élaboré une valeur de risque relatif à partir de ces données (cf. tableaux 16 et 17), et ont conclu que le meilleur ajustement entre le risque de mésothéliome et le logarithme du nombre de « fibres », en fonction de leurs dimensions, concernait les fibres de longueur strictement supérieure à 8 μm et de diamètre strictement inférieur à 0,25 μm (cf. tableaux 16 et 17; voir l'article pour la méthode statistique). Toutefois certains échantillons se distinguent de cette relation ; l'échantillon 3 (« Swansea »), qui a moins de « fibres » longues et fines ($L \geq 8 \mu\text{m}$; $D < 0,25 \mu\text{m}$) que l'échantillon Korea, produit à peu près la même fréquence de tumeurs, avec un délai d'apparition des tumeurs plus court (365 jours vs 428 jours). Par ailleurs, l'échantillon 4 (« Italian ») a peu de fibres longues par rapport à l'échantillon 5 (« Dornie ») (cf. tableau 16), et il produit près de 70 % de tumeurs, contre 12,1 % pour l'échantillon 5 (« Dornie »). Il comporte aussi moins de « fibres » de longueur supérieure ou égale à 5 μm .

Tableau 16 : Nombre de fibres par mg contenues dans les échantillons testés dans l'étude de Davis *et al.* 1991 (D'après Davis *et al.* 1991)

	Origine	Nombre total de « fibres »	L ≥ 5µm ; D < 1µm	L ≥ 5 µm ; tout diamètre	Toutes longueurs ; D > 1 µm	« Stanton » L ≥ 8 µm, D < 0,25 µm	L ≥ 8 µm ; tout diamètre	Mésothéliomes (%)	Danger relatif estimé (log)
1	California	13 077	1839 (13,9)	1 900 (14,5)	81 (0,62)	90 (0,69)	771 (5,9)	100	0,83
2	Korea	7 595	785 (10,3)	891 (11,7)	138 (1,82)	59 (0,78)	429 (5,6)	96,9	0
3	Swansea	2 074	447 (21,5)	695 (33,5)	341 (16,4)	9 (0,19)	359 (17,3)	97,2	0,56
4	Italian	1 496	75 (5,0)	140 (9,4)	107 (7,15)	1 0,06	58 (3,9)	66,6	-1,6
5	Carr Brae, Dornie	1 029	98 (9,5)	231 (22,5)	198 (19,2)	0 (0)	134 (13,0)	12,1	-3,9
6	Shinness	467	10 (21)	49 (10,5)	68 (14,6)	0 (0)	17 (3,6)	25,5	-4,7

* Calculs réalisés d'après les tableaux détaillés. Le nombre total de fibres, dans le tableau détaillé (Tableau 2 de l'article) est un peu différent des données présentées dans ce tableau.

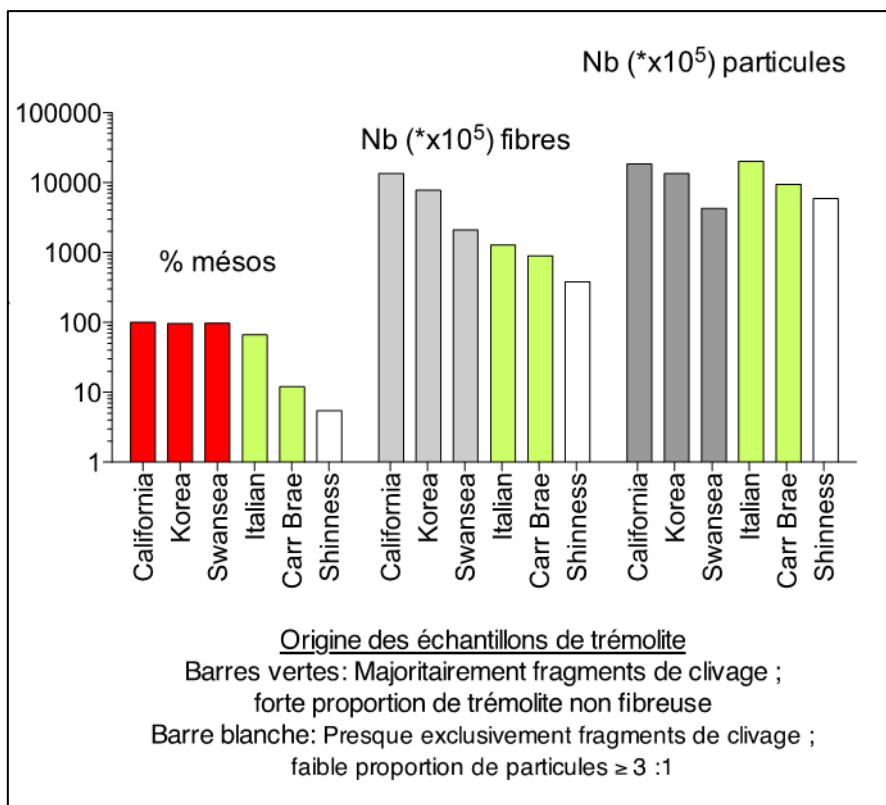


Figure 7 : Représentation graphique des résultats de l'étude de Davis *et al.* 1991 (d'après Davis *et al.* 1991)

Tableau 17 : Ajustement des résultats de l'étude de Davis *et al.* 1991 sur les dimensions des "fibres" injectées chez le rat (d'après Davis *et al.* 1991)

	Tout diamètre	D < 0,25 µm	D ≥ 0,25 µm
Toutes longueurs	72,63	76,10	74,32
L : 0 - 1 µm	67,55	74,31	63,78
L : 1 - 3 µm	86,51	80,72	92,34
L : 3 - 5 µm	73,90	109,31	72,83
L : 5 - 8 µm	68,97	71,62	72,97
L > 8 µm	110,87	41,03	115,16
L > 5 µm	89,22	67,96	94,11
L > 3 µm	77,14	99,01	79,98

En conclusion, on peut considérer, en accord avec les auteurs de l'article que, en dehors des caractéristiques dimensionnelles, d'autres paramètres pourraient rendre compte du potentiel cancérigène. Les auteurs évoquent la question du rôle d'une situation en overdose de fibres, mais mentionnent que les particules non fibreuses ont peu d'importance pour les effets. Pour ce qui concerne le rôle des fragments de clivage, les auteurs écrivent qu'il avait été demandé de distinguer les fragments de clivage des fibres asbestiformes dans le comptage, mais que cela avait été abandonné car trop subjectif. L'observation des photos montre que l'échantillon « Italian » comporte bien, comme cela est indiqué dans le tableau 15, des fibres mais aussi de nombreux fragments de clivage, et que son potentiel tumorigène est élevé. L'échantillon de « Dornie » semble ne comporter que des fragments de clivage, ce qui ne l'exonère pas d'un potentiel

tumorigène. Sur la base des fibres de diamètre strictement inférieur à 0,25 µm et de longueur strictement supérieure à 8 µm, et du nombre de fibres totales injectées, le potentiel moindre de cet échantillon se justifie. Ces expérimentations ne permettent donc pas d'exonérer les fragments de clivage de tout potentiel cancérigène.

Berman *et al.* (1995) ont repris, à des fins d'analyse statistique, des données obtenues dans les expérimentations d'inhalation réalisées par l'équipe de Davis *et al.* (1991), chez le rat AF/HAN exposé à des fibres d'amiante (amphiboles, chrysotile). L'objectif était de déterminer quel paramètre de mesure de l'exposition pouvait permettre d'anticiper l'incidence de tumeurs. Les résultats ont montré qu'aucune mesure univariée ne permettait de décrire correctement la réponse tumorale, bien que la prise en considération de la concentration en particules de longueur supérieure à 20 µm présentait la meilleure corrélation (cf. annexe 9).

10.3.2.3 Etudes *in vivo* et *in vitro* relatives aux amphiboles de Libby

De nombreux articles concernent les échantillons d'amphiboles de Libby (LA) (Montana, USA). Ces études ont été prises en compte dans la mesure où les échantillons de LA sont, selon certains auteurs, composés majoritairement de « fragments de clivage » (e.g. Hillegass *et al.*, 2010). Dans ces travaux, les effets des LA ont été souvent comparés à ceux du crocidolite ou de l'amosite. Lorsque les caractéristiques dimensionnelles de fibres sont indiquées, on peut différencier des classes, selon la valeur du rapport d'allongement. Partant du postulat qu'à longueur égale, les fragments de clivage ont un diamètre supérieur et un rapport d'allongement inférieur à ceux des fibres d'amiante asbestiformes, ces articles ont été analysés, afin de déterminer s'il existait des différences de toxicité entre les LA et les fibres d'amiante asbestiformes, ou d'échantillons pour lesquels la présence de fragments de clivage auraient été mentionnée.

Les figures 8, 9 et 10 présentent les caractéristiques des échantillons utilisés dans des études sur cellules en culture (Blake *et al.* 2007 ; Duncan *et al.* 2010 ; Pietruska *et al.* 2010 ; Smartt *et al.* 2010 ; Duncan *et al.* 2014) et *in vivo* (Putman *et al.* 2008 ; Smartt *et al.* 2010). Ces données indiquent que l'échantillon de LA est soit plus épais et plus long que la crocidolite (Blake *et al.* 2007 ; Pietruska *et al.* 2010), soit d'épaisseur voisine et de longueur inférieure (Duncan *et al.* 2010). Dans ces études, les auteurs ont rapporté une activité supérieure des amiantes, par rapport aux échantillons de LA, lorsque les comparaisons sont faites masse à masse (l'annexe 9 résume le type d'études et les résultats).

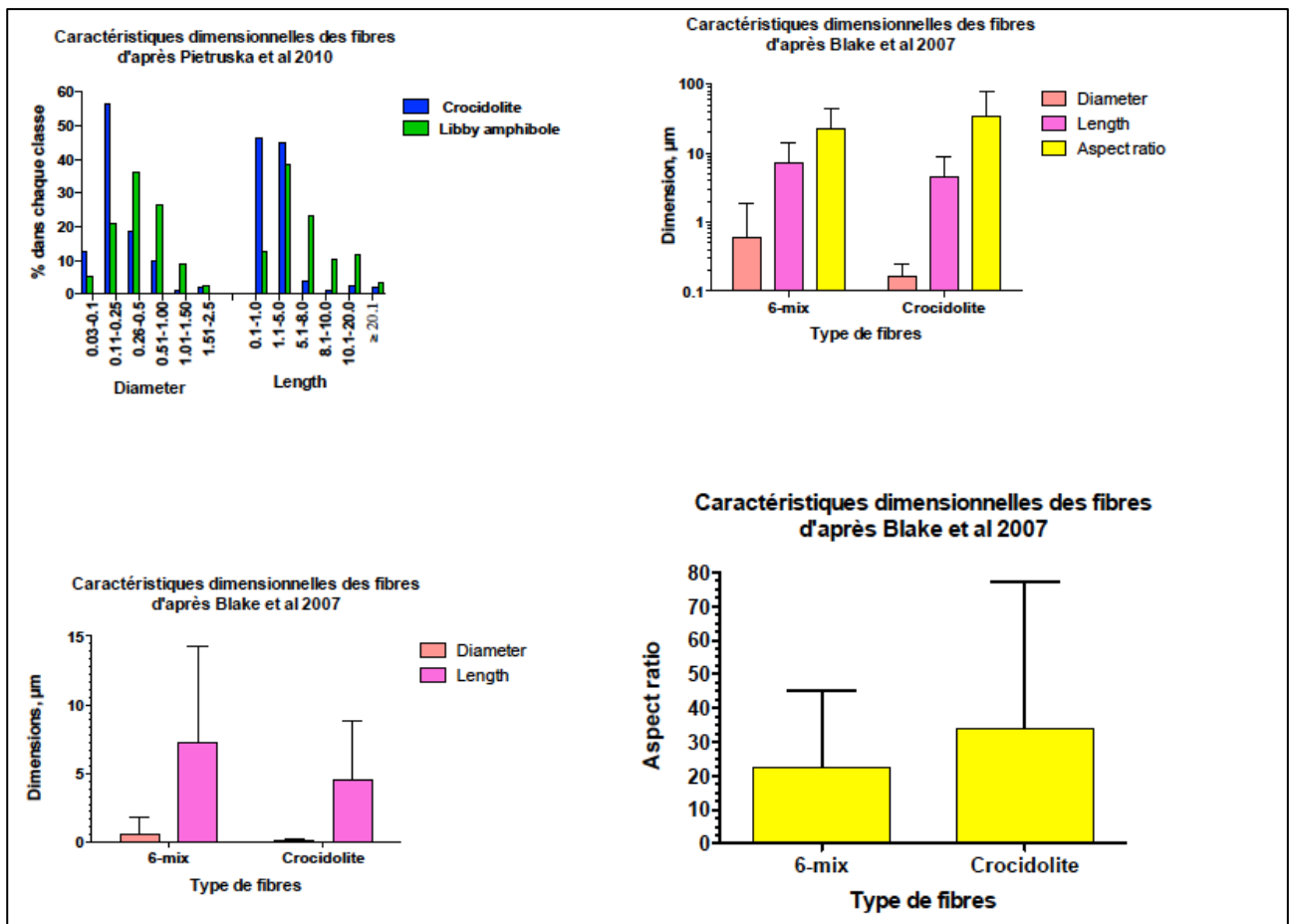


Figure 8 : Caractéristiques dimensionnelles des fibres dans les échantillons utilisés par Peitruska et al. (2010), Blake et al. (2007), et Smartt et al. (2010)⁴¹(d'après Peitruska et al. (2010), Blake et al. (2007), et Smartt et al. (2010))

⁴¹ Même échantillon que Blake et al. (2007).

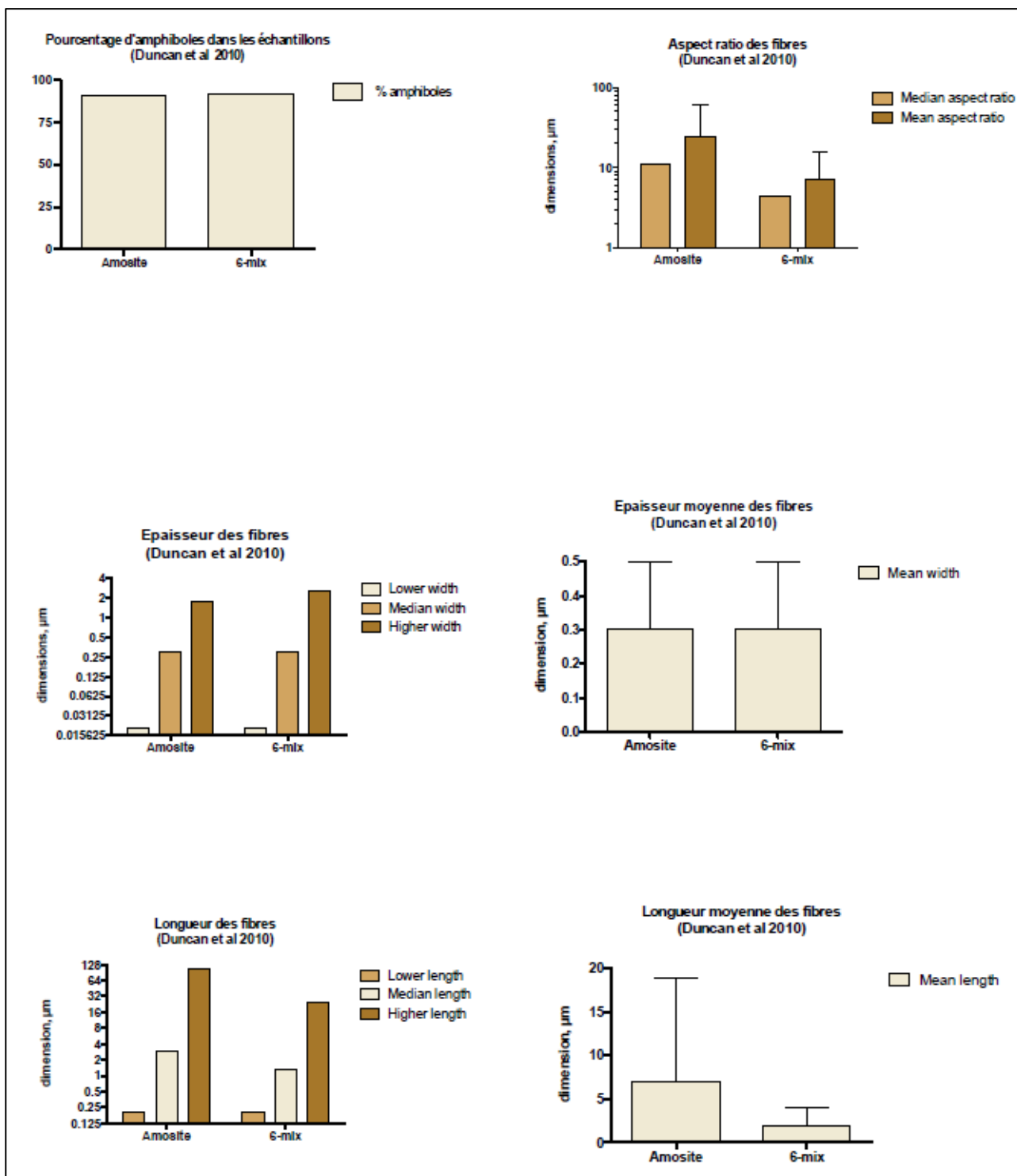


Figure 9 : Caractéristiques dimensionnelles des fibres dans les échantillons utilisés par Duncan *et al.* (2010) (d'après Duncan *et al.* 2010)

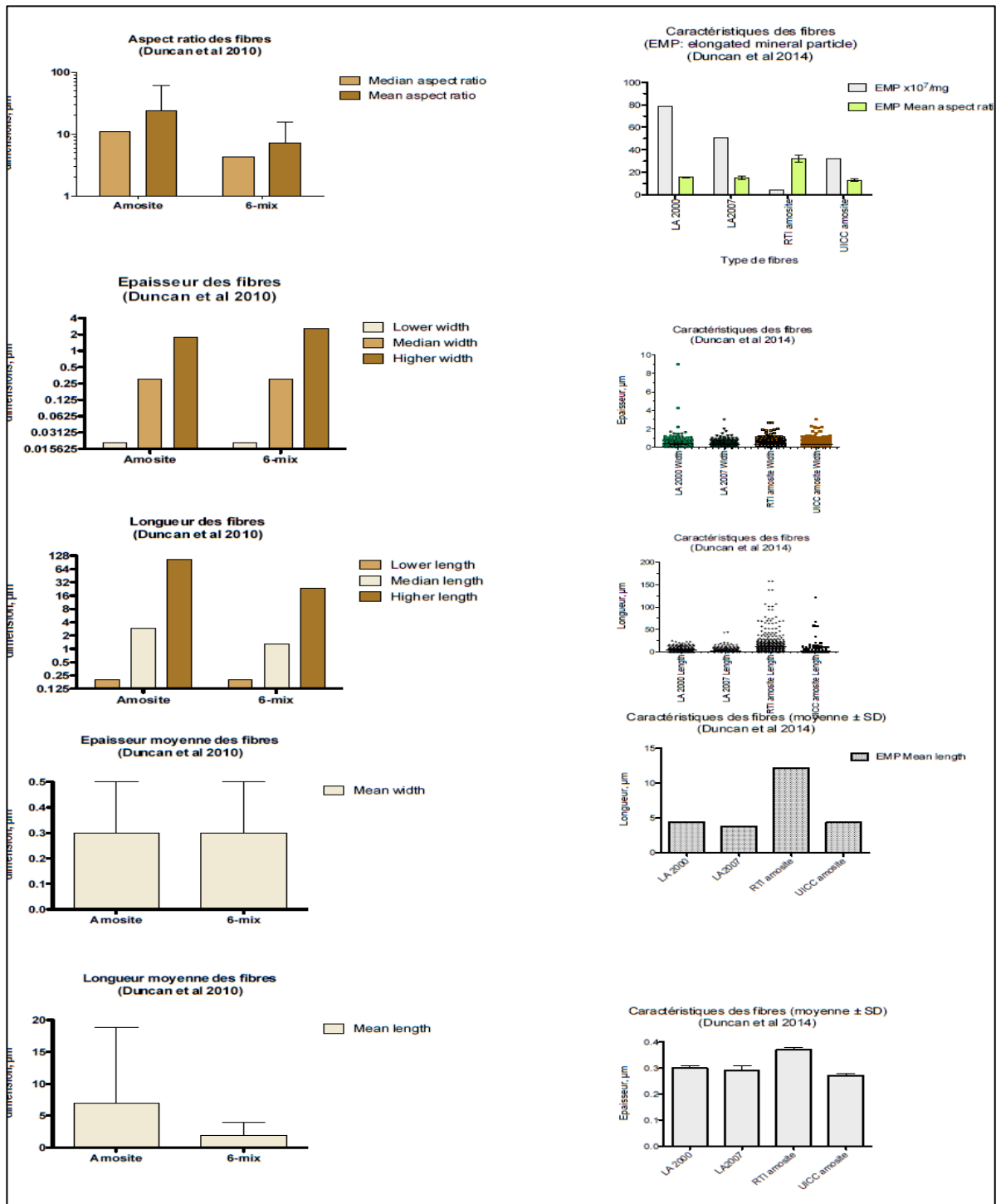


Figure 10 : Caractéristiques dimensionnelles des fibres dans les échantillons utilisés par Duncan et al. (2010 et 2014) (d'après Duncan et al. 2010 et 2014).

Les deux études de Duncan et al. (2010 et 2014), portant sur la réaction inflammatoire, fournissent des informations sur les relations entre certaines caractéristiques des « fibres » et le niveau des effets observés. Les auteurs ont utilisé des échantillons (amosite et LA (Libby 6-mix)) d'une part non fractionnés, et d'autre part fractionnés pour obtenir la fraction « respirable ». Pour les échantillons non fractionnés, ils ont observé un effet similaire, à masse égale, entre l'amosite et les LA. Pour les échantillons fractionnés, l'amosite était plus actif que les LA (Duncan et al. 2010). Les auteurs ont comparé les effets et ont constaté que les différences d'activité entre les échantillons ne s'expliquaient pas par des différences entre ces paramètres.

La figure 11 résume les caractéristiques dimensionnelles des particules présentes dans la fraction « respirable » des échantillons de LA et d'amosite. Les graphes indiquent respectivement la longueur, le diamètre et le rapport d'allongement, dans les différentes classes de particules :

- Toute particule ayant un rapport d'allongement supérieur ou égal à 3 ;
- Toute particule, quel que soit son rapport d'allongement ;
- Echantillon de LA ou d'amosite uniquement, quel que soit le rapport d'allongement ;
- Echantillon de LA ou d'amosite uniquement ayant un rapport d'allongement supérieur ou égal à 3.

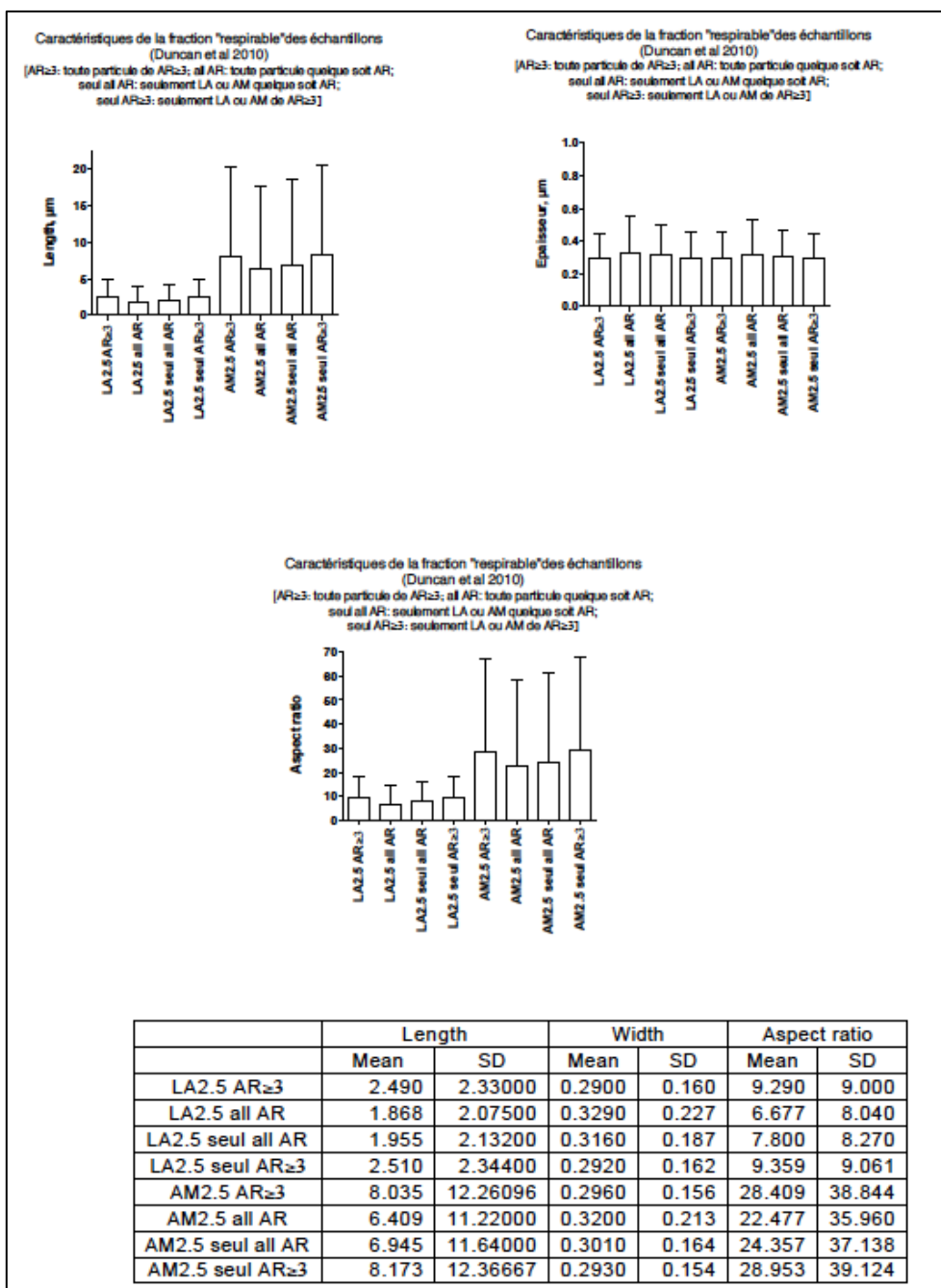


Figure 11 : Caractéristiques dimensionnelles de la fraction « respirable » des fibres dans les échantillons de Libby utilisés par Duncan *et al.* (2010) (d'après Duncan *et al.* 2010).

Les longueurs de l'ensemble des fibres ou des amphiboles seules sont voisines. Si l'on se focalise sur les fibres ayant un rapport d'allongement supérieur à 3 ($L/D \geq 3$), on constate que les fibres de l'échantillon de LA (tout type de particule avec $L/D \geq 3$) ont une longueur moyenne inférieure à celle de l'amosite. Le rapport d'allongement diffère entre les échantillons selon le même schéma que la longueur. Ces différences de caractéristiques dimensionnelles (longueur supérieure des particules d'amosite avec $L/D \geq 3$), sont compatibles avec une activité plus importante des fibres d'amosite, par rapport à l'échantillon de LA. Dans l'étude de Duncan *et al.* (2014), 3 types de « fibres » ont été testés : deux échantillons de LA (2000 et 2007) et deux échantillons d'amosite (RTI et UICC) (Duncan *et al.* 2014). Les auteurs ont déterminé la surface et la somme des longueurs des « fibres » ayant un rapport d'allongement supérieur à 3 dans chaque échantillon. Les dimensions moyennes des échantillons de LA étaient proches de celles de l'amosite UICC (diamètre, longueur et rapport d'allongement). En revanche, les « fibres » d'amosite RTI étaient en moyenne plus longues, plus épaisses et avaient un rapport d'allongement plus élevé (cf. figure 9). Concernant les effets, l'amosite RTI était la plus active, et les autres échantillons avaient une activité comparable, pour une masse équivalente, mais l'expression des données par rapport à la surface ou à la somme des longueurs des particules allongées (rapport d'allongement supérieur à 3) normalisait la différence. Ces résultats sont intéressants car ils suggèrent que ces métriques, surface ou somme des longueurs, contribuent à la pathogénicité. Toutefois, ils semblent contradictoires par rapport à l'étude antérieure (Duncan *et al.* 2010). Cependant, dans la première étude, les surfaces et longueurs étaient obtenues à partir de toutes les particules, et pas uniquement pour les particules ayant un rapport d'allongement supérieur à 3, alors que dans la seconde étude, seules les particules ayant un rapport d'allongement supérieur à 3 étaient prises en considération. Cela peut expliquer les différences de résultats, par rapport à la métrique, entre les deux études, et souligne le rôle de la forme allongée, des dimensions et du nombre de fibres dans la pathogénicité, sans toutefois différencier l'effet des fragments de clivage.

D'autres études *in vitro* ont comparé les résultats obtenus avec des échantillons de LA, par rapport à des études antérieures avec l'amiante, sans mettre en évidence de différence dans l'expression de gènes impliqués dans la réponse inflammatoire (Shannahan *et al.* 2012b).

Deux articles ont récemment rapporté les effets à long terme d'échantillons d'amphiboles, d'amosite et de LA, après injection intra-trachéale, chez le rat Fischer 344 (Cyphert *et al.* 2012a et 2015).

Dans la première étude, les rats ont été exposés à une dose de 0,65 mg/rat pour l'amosite (RTI amosite), et deux doses : 0,65 ou 6,5 mg/rat pour l'échantillon de LA (Cyphert *et al.* 2012a). Les effets inflammatoires et pathologiques (histologie et expression de marqueurs de fibrose ; expression de facteurs identifiés dans le mésothéliome ou comme effets des fibres d'amiante : *Msln* (mésothéline), *Wt1*, *Egfr*), ont été étudiés un an et deux ans après l'exposition. Après un an, les résultats ont indiqué une réaction inflammatoire et une fibrose avec les deux échantillons, qui progressait à deux ans, et une surexpression de gènes codant pour des collagènes après deux ans post-exposition, significative seulement avec la plus faible dose de LA. Après deux ans, l'expression des trois autres marqueurs (*Msln*, *Wt1*, *Egfr*) était significativement augmentée, par rapport aux animaux contrôles, que chez les animaux exposés à la faible dose de LA, tandis que *Wt1* et *Egfr* étaient significativement surexprimés à la forte dose de LA et avec l'amosite. Ces résultats montrent que les deux types d'échantillons sont susceptibles de provoquer un effet fibrogénique et l'activation de facteurs en relation avec le mésothéliome. Il n'a pas été observé de processus néoplasique dans cette étude.

Concernant les caractéristiques des particules, il est fait référence aux dimensions rapportées par Duncan *et al.* (2010). Les « fibres » d'amosite étaient plus longues, d'épaisseur équivalente et avaient un rapport d'allongement plus élevé que les LA. Les données sont reportées sur la figure 12. Les auteurs ont ensuite déterminé les corrélations entre la longueur des « fibres » ($\geq 0,2$; $\geq 0,5$; ≥ 10 ; ≥ 20 μm) et le score de fibrose. La meilleure corrélation était obtenue pour les « fibres » de longueur supérieure ou égale à 10 μm (Cyphert *et al.* 2012a).

Dans une seconde étude, les rats ont été exposés à plusieurs doses (dose totale : 0,15 ; 0,50 ; 1,5 ; 5,0 mg/rat) d'amosite (UICC amosite) ou de LA, administrées soit en une injection unique, soit

en de multiples injections sur une période de 13 semaines (Cyphert *et al.* 2015). Le délai maximum d'observation était de 20 mois. Les deux types d'échantillons ont provoqué une réponse inflammatoire et une fibrose, à masse équivalente. Les effets pathologiques étaient plus marqués lorsque les particules étaient délivrées par de multiples expositions, comparativement à la même dose administrée en une fois. Après 20 mois, des tumeurs ont été observées. Un adénome (0,5 mg/rat), et un carcinome (0,15 mg/rat) ont été mis en évidence chez les animaux exposés à l'amosite, par dose unique, mais pas de mésothéliome. Chez les animaux exposés à l'échantillon de LA, un mésothéliome malin a été observé (5 mg/rat, injection unique), et deux mésothéliomes bénins (multiples injections, 0,15 et 5,0 mg/rat). Les caractéristiques des particules, et des « fibres » (rapport d'allongement supérieur ou égal à 5) étaient voisines, à la différence des échantillons de l'étude de Cyphert *et al.* (2012a). Ces données montrent que les deux types de fibres ont un potentiel pour induire des effets pathologiques à long terme.

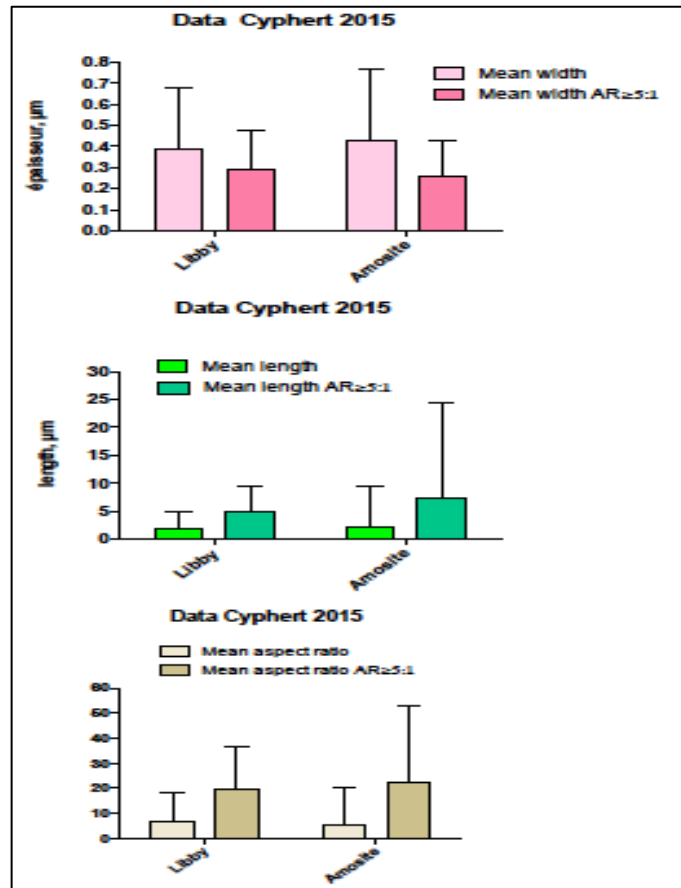


Figure 12 : Caractéristiques dimensionnelles des fibres dans les échantillons utilisés par Cyphert *et al.* (2015) (d'après Cyphert *et al.* 2015)

Cyphert *et al.* (2012b) ont rapporté les effets à court terme d'échantillons de LA, de trémolite, de ferroactinolite et de chrysotile, après injection intra-trachéale, chez le rat Fischer 344. Pour la ferroactinolite, les particules étaient qualifiées de « fragments de clivage ».

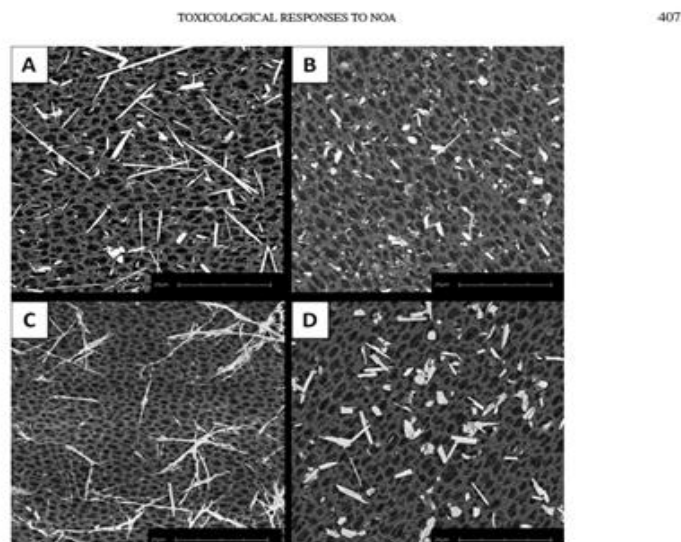


FIG. 1. SEM images of NOA preparations following size fractionation by water elutriation. (A) LA, (B) ON cleavage fragments, (C) SM, and (D) ED. Scale bars are 20 μm ; magnification was $\times 4050$.

Figure 13 : Images en MEBA des échantillons testés dans l'étude de Cyphert *et al.* (2012b) (A : LA, B : Ferroactinolite, C : Chrysotile, D : Trémolite) (d'après Cyphert *et al.* 2012b)

Les auteurs ont déterminé l'effet inflammatoire, la toxicité pulmonaire (protéines et enzymes cellulaires) et la fibrose, 1 jour et 3 mois après injection intra-trachéale (0,5 mg/rat ou 1,5 mg/rat). Après un jour post-instillation, l'inflammation aiguë était la plus importante avec la dose la plus élevée de ferroactinolite et de trémolite, puis diminuait après 3 mois, en restant significativement différente de celle du contrôle ; de même pour la toxicité pulmonaire. Les biomarqueurs de toxicité pulmonaire diminuaient également 3 mois post-instillation en restant significativement différents du contrôle, sauf pour l'échantillon de ferroactinolite. Trois mois post-instillation, la fibrose était minimale (dose : 0,15 mg/rat) ou légère (dose : 1,5 mg/rat) avec les échantillons de LA, légère avec la ferroactinolite (à 1,5 mg/rat) et légère et modérée avec le chrysotile, respectivement à 0,15 et 1,5 mg/rat. Dans cette étude, le classement des échantillons, par rapport à leurs effets biologiques, est le suivant : chrysotile > LA > ferroactinolite > trémolite. L'examen de la distribution des données sur les dimensions des particules des différents échantillons montre des valeurs de diamètre, de longueur et de rapport d'allongement voisines entre la ferroactinolite et la trémolite, suggérant que cet échantillon est constitué de particules courtes et épaisses (cf. figures 13 et 14). Cela contraste avec les particules de LA et de chrysotile, plus longues et ayant un rapport d'allongement plus élevé.

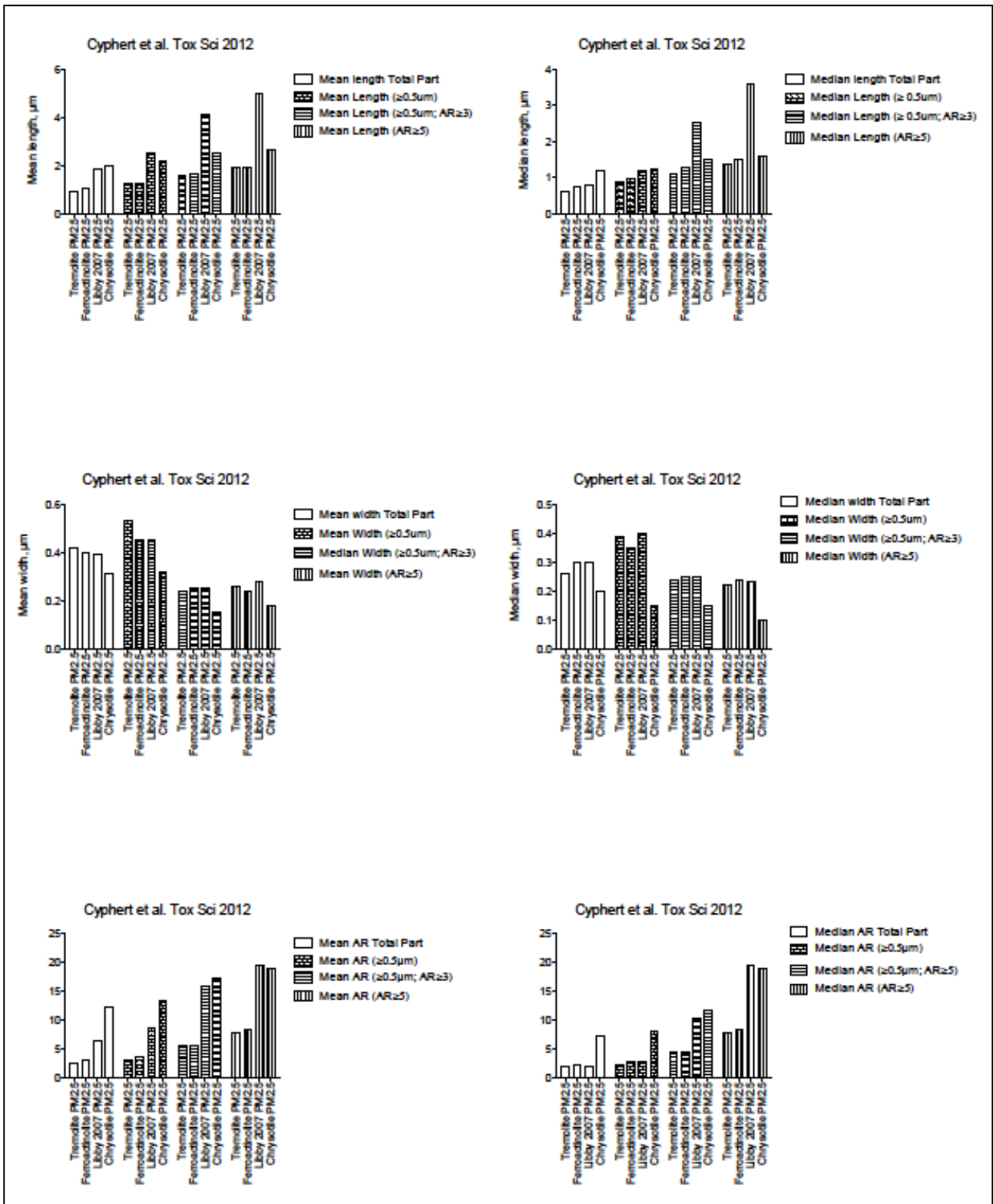


Figure 14 : Dimensions moyennes et médianes des échantillons dans l'étude de Cyphert *et al.* (2012b) (d'après Cyphert *et al.* 2012b)

Ainsi, la longueur moyenne des échantillons semble être corrélée aux effets fibrosants. Il faut aussi noter que le nombre de particules/mg dans les échantillons s'ordonne dans le sens inverse (trémolite > ferroactinolite > LA > chrysotile), mais que l'échantillon de chrysotile comporte 34 % de plus de particules ayant un rapport d'allongement supérieur ou égal à 5 que celui de LA, ce qui peut expliquer son effet plus marqué. Il semble donc que les effets soient dépendants des caractéristiques dimensionnelles des particules et de leur nombre, mais la caractéristique «

fragments de clivage » des particules de ferroactinolite n'est pas déterminante pour expliquer les effets biologiques, du moins dans ce contexte de réponse fibrosante, dans une étude à court terme. En d'autres termes, il semble d'après cette étude que les critères dimensionnels influent sur la toxicité des fibres, indépendamment de leur origine « asbestiforme » ou « fragment de clivage ».

Plus récemment, la même équipe a étudié les effets précoces et tardifs sur le métabolisme et l'inflammation chez le rat (F344) lors d'instillations intra-trachéales de différentes particules minérales à des doses de 0,5 et 1,5 mg/rat (Kodavanti *et al.* 2014). Les échantillons testés étaient les mêmes que ceux de l'étude de Cyphert *et al.* (2012b) (LA, chrysotile, trémolite, et ferroactinolite, ce dernier échantillon étant qualifié de « fragments de clivage »). La deuxième partie de l'étude, qui consistait à comparer les effets relatifs des LA et de l'amosite par inhalation, n'est pas présentée ici dans la mesure où elle ne concerne pas les fragments de clivage. Le tableau 18 résume les caractéristiques dimensionnelles des particules inhalables (diamètre aérodynamique inférieur à 2,5 μm) contenues dans les 4 échantillons (particules totales et particules ayant un rapport d'allongement supérieur ou égal à 5, qualifiées de « fibres »). Les échantillons de chrysotile, de LA, de ferroactinolite et de trémolite contenaient respectivement 60,2 ; 25,9 ; 13,8 et 9,5 % de « fibres ».

Tableau 18 : Caractéristiques dimensionnelles des particules inhalables testées dans l'étude de Kodavanti *et al.* 2014 (d'après Kodavanti *et al.* 2014)

Toutes particules inhalables				
Propriétés	LA	Ferroactinolite « fragment de clivage »	Chrysotile	Trémolite
Nombre	532	516	502	507
L (μm)				
Moyenne +/- SD	1,9 +/- 3,0	1,1 +/- 0,9	2,0 +/- 2,4	0,9 +/- 0,9
Médiane	0,8	0,8	1,2	0,6
Min-Max	0,2 – 27,3	0,2 – 9,4	0,2 – 17,5	0,2 – 6,4
D (μm)				
Moyenne +/- SD	0,39 +/- 0,3	0,40 +/- 0,30	0,31 +/- 0,40	0,42 +/- 0,40
Médiane	0,30	0,30	0,20	0,26
Min-Max	0,07 – 3,00	0,08 – 2,72	0,05 – 3,50	0,06 – 2,45
L/D				
Moyenne +/- SD	6,4 +/- 11,7	3,1 +/- 2,7	12,1 +/- 16,4	2,6 +/- 2,2
Médiane	2,0	2,2	7,1	1,9
Min-Max	1,0 – 109,2	1,0 – 20,5	1,0 – 157,5	1,0 – 22,2
« Fibres » inhalables (L/D \geq 5)				
Propriétés	LA	Ferroactinolite « fragment de clivage »	Chrysotile	Trémolite
Nombre	138	71	302	48
% de « fibres »	25,9	13,8	60,2	9,5
L (μm)				
Moyenne +/- SD	5,0 +/- 4,5	1,9 +/- 1,5	2,7 +/- 2,8	1,9 +/- 1,4
Médiane	3,6	1,5	1,6	1,4

Min-Max	0,5 – 27,3	0,5 – 9,4	0,5 – 17,5	0,4 – 6,4
D (µm)				
Moyenne +/- SD	0,29 +/- 0,19	0,24 +/- 0,30	0,18 +/- 0,50	0,26 +/- 0,40
Médiane	0,23	0,24	0,10	0,22
Min-Max	0,07 – 1,15	0,20 – 2,72	0,10 – 3,50	0,20 – 2,45
L/D				
Moyenne +/- SD	19,5 +/- 17,3	8,4 +/- 2,7	18,8 +/- 16,3	7,8 +/- 2,2
Médiane	14,3	7,5	12,5	6,8
Min-Max	5,0 – 109,2	5,0 – 20,5	5,0 – 157,5	5,0 – 22,2

Les résultats de l'étude sur différents biomarqueurs d'inflammation et d'atteinte du métabolisme et du système immunitaire sont présentés dans le tableau 19.

Tableau 19 : Synthèse des résultats de l'étude de Kodavanti *et al.* 2014 (d'après Kodavanti *et al.* 2014)

Biomarqueur	Temps après l'exposition	LA	« fragments de clivage » de ferroactinolite »	Chrysotile	Trémolite
α-1acide glycoprotéine	Précoce	↑↑↑	↑	↑↑↑	→
α-2 macroglobuline	Précoce	↑↑↑	↑	↑↑↑	→
Interleukine 6	Précoce	↑	→**	↑**	→**
Ostéopontine	Précoce	↑	→	↑	→
Insuline	Tardif	→	↑	↑	↑
Leptine	Tardif	→	→	↑	↑
Adinopectine	Non applicable	→	→	→	→
Leucine riche en α-2 glycoprotéine	Non applicable	→	→	→	→
Mésotbéline ⁴²	tardif	→	→	→	→

Note : changements dans les biomarqueurs : modifications notables : ↑↑↑ ; modifications modestes : ↑ ; pas de modifications : →

Les effets observés sont plus marqués pour le chrysotile et l'échantillon de LA que pour les « fragments de clivage » de ferroactinolite et la trémolite. Cependant, les auteurs soulignent que le nombre de « fibres » (L/D ≥ 5) instillées était plus important pour les deux premiers échantillons. En conclusion, cette étude ne permet pas de conclure sur les différences de toxicité observées entre les échantillons de chrysotile, de LA et de « fragments de clivage » de ferroactinolite, en raison du nombre de « fibres » injectées différent. De façon similaire à l'étude précédente, la caractéristique « fragment de clivage » ne semble pas influencer les résultats de l'étude. Des effets modérés des « fragments de clivage » de ferroactinolite sur certains marqueurs de l'inflammation et d'atteinte du métabolisme sont rapportés dans cette étude ce qui suggère qu'ils ne sont pas biologiquement inactifs.

⁴² A noter que le critère de production de mésotbéline est non validé en expérimentation

10.3.2.4 Etudes relatives à la fluoro-édénite

Balan *et al.* (2014) ont discuté de la toxicité relative de la fluoro-édénite sous forme de « fibres » et sous forme « prismatique » sur des cellules A549. Cette étude fait suite à deux articles publiés par Travaglione *et al.* (2003 et 2006) (cf. annexe 9) et reprend les résultats de ces précédents articles. Dans le premier article, les auteurs ont étudié les effets de la fluoro-édénite « prismatique » sur les cellules A549 (Travaglione *et al.* 2003). Ils concluent que ces amphiboles interfèrent avec la physiologie cellulaire (internalisation des amphiboles, modifications morphologiques des cellules ; réduction de la prolifération et production de cytokines), sans perturbation du cycle cellulaire, mais il n'y a aucune indication sur les caractéristiques dimensionnelles des amphiboles. Dans le second article (Travaglione *et al.* 2006) les amphiboles sont qualifiées de « fibres » (longueur moyenne = 15,5 µm ; diamètre moyen = 0,45 µm ; pas d'information sur la distribution de taille), les auteurs observent une multinucléation des cellules et une production de cytokines. Sur la base de ces quelques informations, Balan *et al.* (2014) postulent que les « fibres » de fluoro-édénite ont un potentiel cancérigène, et non les amphiboles fluoro-édénite « prismatiques ». Ces hypothèses sont hautement spéculatives au vu des données produites.

10.4 Pathologies et maladies professionnelles : Programme national de surveillance du mésothéliome

Le Programme national de surveillance du mésothéliome (PNSM) a été mis en place en 1998 par l'Institut de veille sanitaire (InVS). Ses objectifs sont d'estimer les tendances de l'incidence et de la fraction attribuable aux expositions professionnelles, de contribuer à la recherche et à l'amélioration des techniques diagnostiques, et d'évaluer sa prise en charge médico-administrative. Le PNSM enregistre les cas incidents dans une vingtaine de départements couvrant une population de 16 millions d'habitants selon des procédures standardisées (InVS : <http://www.invs.sante.fr/publications/journees/2/arveux/>).

Sur la période 1998-2014, 47 sujets (43 hommes et 4 femmes) ayant travaillé au moins une fois dans les carrières, les travaux souterrains et ayant été employés comme conducteur de machine intervenant sur le bitume ont été enregistrés dans le PNSM.

Parmi ces 47 sujets, 3 ont été exposés à l'amiante exclusivement dans ces emplois, et 2 sujets sont non exposés professionnellement à l'amiante. Un recoupement géographique n'a pas permis d'établir de lien entre les départements dans lesquels les mésothéliomes ont été diagnostiqués et les départements dans lesquels se situent des carrières exploitant des roches contenant ou pouvant contenir des amphiboles, d'après les données du BRGM.

10.5 Conclusion sur les effets sanitaires

Les études identifiées dans le cadre de cette saisine mettent en évidence un excès de pathologies cancéreuses ou non-cancéreuses chez des populations exposées à des mélanges particuliers contenant des fragments de clivage d'amphiboles concernées par cette saisine. Néanmoins, les populations étudiées étant exposées à un mélange de particules de différentes morphologies, les études chez l'Homme ne permettent pas de distinguer les effets propres aux fragments de clivage de ceux de leurs homologues asbestiformes. De plus, les populations professionnelles étudiées sont également exposées à d'autres facteurs de risques pulmonaires, dont la silice cristalline. Les résultats relatifs aux mines de taconite apportent des éléments en faveur d'un rôle de l'exposition aux « PMA non asbestiformes » dans la survenue de mésothéliomes et d'anomalies pleurales. L'implication d'expositions à des particules asbestiformes ou à de l'amiante commercial dans le développement de ces pathologies ne peut cependant pas être exclue. Les études relatives aux amphiboles de Libby, composées majoritairement de winchite et de richtérite, et comportant des fragments de clivage, et celles relatives à l'exposition à la fluoro-édénite rapportent des excès de mésothéliomes et d'autres pathologies respiratoires chez les populations exposées. La cancérigénicité de ces espèces minérales a récemment été confirmée par l'US EPA et le CIRC (US EPA, 2014, IARC, 2014).

Sur le plan toxicologique, il n'existe pas d'étude portant spécifiquement sur la toxicité des fragments de clivage. Les études disponibles ont comparé la toxicité relative d'échantillons de différentes morphologies, asbestiformes ou non, sans référence particulière à la morphologie de fragments de clivage sauf pour quelques articles. La principale limite de ces études réside dans le fait qu'elles ne renseignent pas toujours (ou de façon incomplète) les caractéristiques morphologiques et/ou dimensionnelles des minéraux étudiés. De plus, les études fournissant des images acquises par des techniques microscopiques sont rares. Plusieurs revues bibliographiques ont conclu à la moindre toxicité des fragments de clivage mais dans certaines études citées dans ces revues, les données fournies sur les caractéristiques des particules suggèrent ou indiquent que les particules qualifiées de « fragments de clivage » sont des particules minérales non allongées. Bien que ces études confirment que les particules minérales non allongées sont moins toxiques que les fibres asbestiformes, elles n'apportent pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage qui ont les dimensions d'une fibre OMS. Deux études faisant état de l'utilisation d'échantillons composés de fragments de clivage montrent que ces échantillons peuvent induire des mésothéliomes et une réaction inflammatoire chez le rat après des injections, respectivement, intra-péritonéales ou intra-trachéales. Les paramètres dimensionnels et le nombre de particules injectées influencent la toxicité, mais il n'est pas démontré que la caractéristique « fragment de clivage » influence les résultats de ces études. Par ailleurs, le rôle d'autres paramètres susceptibles de moduler la toxicité (biopersistance, contaminants, réactivité de surface, etc.) ne sont pas discutés dans ces études.

En conclusion, il n'existe pas d'argument permettant d'affirmer que les fragments de clivage des amphiboles étudiées dans le cadre de ces travaux ayant la dimension d'une fibre au sens OMS sont non cancérogènes.

11 Conclusions du groupe de travail

La grande diversité des disciplines s'intéressant aux particules minérales (minéralogistes, hygiénistes, médecins du travail, épidémiologistes, toxicologues, chimistes ou analystes, et les organismes réglementaires) est à l'origine d'une importante variabilité des définitions relatives à ces particules. En France, dans l'air, les fibres prises en compte pour le mesurage des niveaux d'empoussièrement sont celles ayant une longueur minimale de 5 µm, un diamètre maximal de 3 µm, et un rapport d'allongement supérieur à 3 ($L > 5 \mu\text{m}$; $D < 3 \mu\text{m}$ et $L/D > 3$). Ces dimensions font référence à la définition par l'OMS d'une fibre susceptible d'être inhalée. Aucun document ne fixe les critères dimensionnels à prendre en compte pour qualifier la présence de fibres d'amiante dans les matériaux. La norme NF X 43-050 spécifie, pour les analyses réalisées en META, qu'une fibre correspond à un objet ayant un rapport d'allongement supérieur à 3.

Les termes asbestiforme et non asbestiforme font référence à la morphologie acquise par le cristal au cours de sa croissance. Les amphiboles asbestiformes ont en général des dimensions qui les incluent *de facto* dans la définition des fibres. Les fragments de clivage d'amphiboles non asbestiformes peuvent avoir les dimensions d'une fibre telles que définies par l'OMS pour l'air et décrites par la norme NF X 43-050 pour les matériaux. Les méthodes analytiques utilisées en routine ne permettent cependant pas toujours de distinguer ces fragments de clivage de leurs homologues asbestiformes. **Dans le cadre de cette expertise, le terme fragment de clivage se rapporte aux particules minérales issues de la fragmentation d'amphiboles⁴³ non asbestiformes, et ayant les dimensions d'une fibre telles que définies ci-dessus pour l'air et les matériaux.**

Les amphiboles initialement listées dans la saisine sont les variétés non asbestiformes des 5 amphiboles réglementaires (*i.e.* actinolite, anthophyllite, trémolite, grunérite, riébeckite). Dans la nature, d'autres amphiboles peuvent cependant se présenter sous forme asbestiforme ou non asbestiforme. Ces dernières peuvent générer des fragments de clivage. Compte tenu des effets sanitaires potentiels de certaines amphiboles décrits dans la littérature, en particulier la winchite, la richtérite et la fluoro-édénite (Anses, 2014), le GT a décidé d'inclure dans le périmètre de son expertise l'étude des autres amphiboles calciques et calco-sodiques, de manière à prendre en compte les substitutions d'atomes permettant de passer d'une variété d'amphibole à une autre⁴⁴. En effet, les compositions chimiques des diverses variétés d'amphiboles diffèrent sur de larges intervalles, en raison de nombreuses possibilités de substitutions d'atomes au sein de leurs réseaux. Non seulement les compositions d'espèces données varient en fonction des gisements mais elles peuvent varier entre les occurrences proches dans un même gisement.

Sur le plan épidémiologique, des études portant sur les travailleurs de diverses industries extractives exposés à des fragments de clivage (ex : travailleurs des mines de taconite, de vermiculite) ou sur des populations soumises à des expositions environnementales à la fluoro-édénite mettent en évidence des excès d'incidence et/ou de mortalité par mésothéliome, et/ou par cancers pulmonaires et/ou par d'autres pathologies respiratoires, ainsi que des excès d'anomalies pleurales et parenchymateuses. Cependant, il n'est pas possible d'attribuer les effets sanitaires observés aux seuls fragments de clivage, les populations étudiées étant exposées à des mélanges complexes de particules, comprenant notamment des particules asbestiformes ou de la silice

⁴³ D'autres espèces minérales non amphiboles non asbestiformes sont susceptibles de former des fragments de clivage.

⁴⁴ D'autres amphiboles peuvent se présenter sous forme fibreuse. Cela concerne notamment la cummingtonite.

cristalline. Là encore, des imprécisions sur la terminologie employée pour la description des particules minérales compliquent l'interprétation des données.

Les études les plus informatives sont celles concernant les travailleurs des mines de taconite, exposés, en l'état actuel des données disponibles, à un mélange complexe de particules minérales, dont des « PMA » (amphiboles et autres espèces minérales), quasi exclusivement non asbestiformes et très majoritairement courtes ($L < 5 \mu\text{m}$). Ces études mettent en évidence des excès de mésothéliomes et des anomalies pleurales chez ces travailleurs. Le risque de mésothéliome et la fréquence des anomalies pleurales augmentent significativement avec la durée d'emploi et avec l'exposition cumulée aux PMA, après ajustement sur les principaux facteurs de confusion et sur l'exposition à l'amiante commercial. Cependant, il n'est pas exclu que les PMA asbestiformes, même en très faible proportion, soient responsables des excès observés. De plus, un biais de confusion lié à l'exposition à l'amiante commercial peut subsister, malgré les ajustements réalisés par les auteurs. Ces études sont en cours jusqu'en 2017.

Les autres travaux mettant en évidence des excès de mésothéliomes chez les travailleurs des mines et moulins de vermiculite aux USA (Libby) ou lors d'exposition environnementale à la fluoro-édénite indiquent que les amphiboles mesurées étaient présentes sous forme asbestiforme et non asbestiforme. Les études concernant ces deux cohortes ont récemment été revues par l'US EPA et le CIRC, qui ont respectivement confirmé la cancérogénicité des amphiboles des mines de vermiculite, composées majoritairement de winchite et de richtérite, (Libby, USA) (« les amphiboles de Libby sont cancérogènes pour l'Homme ») et de la fluoro-édénite (classée agent cancérogène pour l'Homme par le CIRC).

Sur le plan toxicologique, plusieurs revues de la littérature ont conclu à la moindre toxicité des « fragments de clivage » par rapport aux fibres asbestiformes, mais l'analyse des articles cités dans ces revues, hormis les trois articles cités ci-dessous, indique que les « fragments de clivage » étudiés n'ont pas les dimensions d'une fibre « OMS » (cf. annexe 9), et correspondaient à des particules minérales non allongées. Ces revues confirment que les particules minérales non allongées sont non ou moins toxiques que les fibres asbestiformes, mais n'apportent pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage tels que définis dans le cadre de cette expertise.

Les recherches bibliographiques conduites dans le cadre de cette expertise n'ont permis d'identifier que trois études *in vitro* ou *in vivo* ayant porté sur les effets toxicologiques de fragments de clivage de trémolite et de ferroactinolite ayant la définition d'une fibre OMS (Davis *et al.* 1991 ; Cyphert *et al.* 2012b ; Kodavanti *et al.* 2014). Ces études mettent en évidence que des échantillons composés « majoritairement de fragments de clivage » induisent des mésothéliomes chez le rat lors d'injections intra-péritonéales, et peuvent induire une réaction inflammatoire.

Les études ayant comparé la toxicité relative des amphiboles de Libby (correspondant à un mélange de fragments de clivage et de fibres asbestiformes, selon les analyses métrologiques) à des échantillons de fibres d'amiante montrent une toxicité moindre de ces amphiboles mais, une fois rapportées au nombre de particules injectées ou ajustées aux dimensions de celles-ci, les différences de toxicité ne sont pas significatives. Les autres études identifiées ne fournissent pas suffisamment d'éléments en vue de caractériser granulométriquement les particules minérales étudiées (dimensions et/ou images de microscopie).

Les autres paramètres modulant la toxicité (biopersistance, contaminants, réactivité de surface etc.) ne sont pas discutés dans ces études.

Aucune donnée d'exposition portant spécifiquement sur les fragments de clivage des amphiboles incluses dans le périmètre de l'expertise n'a été identifiée dans la littérature. Les données disponibles dans les études épidémiologiques ne permettent pas de faire la distinction entre les fragments de clivage et les fibres asbestiformes. En France, des mesures d'exposition sur les chantiers routiers et dans les carrières sont en cours de validation mais n'apporteront pas *a priori* d'informations spécifiques sur les fragments de clivage. Par ailleurs, il est important de souligner que d'autres secteurs professionnels sont potentiellement concernés par la problématique des fragments de clivage, dès lors que les travailleurs interviennent sur des matériaux contenant des amphiboles (ex. creusement de tunnels). A ce titre, l'INRS, le BRGM et la CARSAT Rhône-Alpes, région dans laquelle les ouvrages souterrains occupent une place importante du fait de la

présence de l'arc alpin, de l'existence de nombreux projets de développement de réseaux de communication, et de la nécessité de rénover des ouvrages existants, ont conçu une brochure destinée à orienter les acteurs concernés vers les modalités de reconnaissance et de métrologie de l'amiante lors de travaux souterrains (cf. annexe 10). Enfin, il convient de rappeler que ces travailleurs peuvent être exposés à d'autres facteurs de risque, tels que la silice cristalline, classée cancérigène pour l'Homme par le CIRC. Les travailleurs réalisant des travaux sur les chaussées peuvent également être exposés à des fibres d'amiante chrysotile sur certains chantiers.

S'agissant de la stratégie d'échantillonnage dans un environnement naturel, le point le plus important pour son élaboration est la prise en compte de la complexité pétrographique et minéralogique de ces environnements et de l'hétérogénéité des échantillons découlant de cette complexité. Les stratégies d'échantillonnage et de mesures doivent se concevoir au cas par cas en fonction des objectifs. En France, il n'existe actuellement pas de document de référence pour l'échantillonnage en carrières. Les différentes stratégies d'échantillonnage décrites pour l'identification des zones amiantifères (échantillonnage ciblé ou non ciblé) dans le rapport Amiante environnemental (Anses, 2010), peuvent être mises en œuvre pour la caractérisation des roches en environnement naturel. Pour les matériaux de chaussées, le guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux établi par le Comité de Pilotage national « Travaux Routiers – Risques Professionnels » (USIRF/DGT/CNAM TS/FNTP/INRS/OPPBTP/GNMST BTP, novembre 2013) propose de grandes lignes pour l'établissement d'une stratégie lors des chantiers routiers. Un échantillonnage d'un point tous les 200 mètres linéaires est proposé. Ceci peut être considéré comme insuffisant compte tenu des différences de composition observées sur les revêtements routiers, où de fréquents renouvellements de la couche de roulement ont eu lieu au gré de travaux successifs (creusement de tranchées, réfection de chaussée, travaux de voirie, etc...).

Sur le plan métrologique, le GT attire l'attention sur la spécificité des échantillons de matériaux « naturels » comparativement aux échantillons de matériaux contenant de l'amiante ajouté volontairement. Les matrices naturelles sont beaucoup plus complexes, car susceptibles de contenir de nombreuses PMA de différentes natures. Le prélèvement et l'analyse de ce type d'échantillons requièrent du temps et des compétences spécifiques.

Les procédures existant pour la préparation de matériaux du bâtiment et pouvant être appliquées aux matériaux naturels ne sont pas suffisamment cadrées et entraînent des disparités en termes de résultats rendus. De même, il n'est actuellement pas exigé des laboratoires de déterminer leur limite de détection ou leur limite de quantification, ni de les mentionner sur leur rapports d'essais, ce qui peut conduire à des conclusions différentes entre laboratoires.

L'analyse des échantillons de matériaux est plus aisée que l'analyse d'échantillons d'air, car il est possible de caractériser le matériau à partir d'une population de PMA alors que dans l'air la caractérisation doit être réalisée pour chaque PMA.

Dans l'air, il n'existe actuellement pas de méthode d'analyse de routine qui permette, avec les critères actuels pris en considération, de distinguer formellement les fragments de clivage de leurs homologues asbestiformes. La méthode d'analyse de routine la plus précise est la META. Cette méthode permet une caractérisation à la fois morphologique, chimique et cristallographique des objets analysés. Toutefois, cette méthode présente des limites, notamment une vision en deux dimensions (2D) qui ne permet pas d'observer les différentes faces de l'objet. Cette technique, telle que décrite dans la norme NF X 43-050, ne permet pas toujours de faire la distinction entre fibres asbestiformes et fragments de clivage. Les autres méthodes de routine, c'est-à-dire la MOLP et la MEBA conventionnelle, ne présentent pas une résolution spatiale suffisante pour observer et prendre en compte les fibres fines, et ne permettent pas non plus de distinguer formellement les fragments de clivage des fibres asbestiformes. De plus, la diffraction électronique n'étant pas accessible, la MEBA ne permet pas toujours une identification univoque. Elle permet toutefois d'obtenir une vision 3D des faisceaux et des fibres individuelles qui peut aider à leur caractérisation. Concernant l'analyse des PMA dans les matériaux, la META présente les mêmes limites qu'évoquées ci-dessus. La MOLP, actuellement délaissée par un grand nombre de laboratoires au profit de la META, peut permettre de distinguer les fragments de clivage des fibres asbestiformes par leur critère d'extinction, mais cette distinction reste limitée aux objets dont le

diamètre est supérieur à 1 µm. S'agissant des échantillons naturels massifs, la MOLP peut constituer un 1^{er} niveau d'analyse permettant d'identifier la présence ou non d'occurrences fibreuses suspectes. La MEBA peut également être utilisée pour la recherche d'amiante dans les matériaux, mais présente les mêmes limites que celles mentionnées pour les échantillons d'air.

Certains auteurs se sont intéressés à la prise en compte de critères supplémentaires afin d'affiner l'analyse en META et écarter la majorité des fragments de clivage. Les principaux critères sont dimensionnels. En effet, les fragments de clivage ont généralement, à longueur égale, un diamètre plus élevé que les fibres asbestiformes et un rapport d'allongement inférieur. Ainsi, la probabilité que les objets analysés soient des fibres asbestiformes augmente avec le rapport d'allongement. Toutefois, il persistera toujours un recouvrement dimensionnel entre les deux populations d'objets.

D'autres critères, tels que ceux décrits par Van Orden *et al.* (2008) (maclage, netteté de la diffraction en bordure d'objet...), permettent d'affiner encore la discrimination mais sont difficilement applicables en routine et n'ont pas fait l'objet d'une évaluation de l'incertitude liée à leur mise en œuvre.

Par ailleurs, un exercice d'intercomparaison mené en 2015 par différents analystes confirmés, dont l'objectif était de se prononcer sur la nature de 50 objets PMA issus principalement d'échantillons de matériaux de chaussée, et de déterminer s'il s'agissait de fragments de clivage ou de fibres asbestiformes d'actinolite, sur la base de micrographies META, de résultats d'analyses chimiques et selon les critères de la norme NF X 43-050, a mis en évidence une disparité dans le rendu des résultats. Cela confirme que la discrimination fragment de clivage/fibre asbestiforme est très complexe. Dans cet exercice, les fragments de clivage identifiés unanimement comme tels avaient un rapport d'allongement inférieur à 10.

En résumé, concernant les espèces d'amphiboles prises en compte dans le cadre de cette expertise, en l'occurrence les variétés non asbestiformes des 5 amphiboles réglementaires (*i.e.* actinolite, anthophyllite, trémolite, grunérite, riébeckite) et l'ensemble des amphiboles calciques et calcosodiques :

- Les études épidémiologiques ne permettent pas d'exclure un risque pour la santé lié à l'exposition aux fragments de clivage issus des variétés non asbestiformes des cinq amphiboles réglementaires ;
- Un lien entre l'exposition de populations à certaines amphiboles calciques ou calcosodiques présentes sous forme de mélange de différents faciès, telles que la fluoro-édénite, la winchite ou la richtérite, et la survenue de cancers a été établi dans des évaluations récentes.
- Pour les espèces de PMA prises en compte dans l'expertise, il n'existe aucune donnée toxicologique scientifique validée permettant d'affirmer que les fragments de clivage qui en sont issus et répondant aux critères dimensionnels des fibres « OMS » sont moins toxiques que leurs homologues asbestiformes ;
- Néanmoins, d'une façon générale pour les PMA, il existe un gradient de danger en fonction de la longueur et du diamètre⁴⁵, sans seuil dimensionnel identifiable ;
- Il existe des paramètres autres que les critères dimensionnels susceptibles de moduler la toxicité (biopersistance, contaminants, réactivité de surface, etc.) ;
- Dans le cas des mines de taconite où des excès de mésothéliomes sont observés, les travailleurs sont exposés à des mélanges complexes de particules, dont des PMA d'amphiboles et d'autres variétés minérales. Les données disponibles ne permettent pas d'identifier les effets propres à une espèce minérale en particulier. Ces études sont en cours jusqu'en 2017 ;

⁴⁵ Plus les PMA ont une longueur élevée et un diamètre faible et plus elles sont dangereuses.

- Les méthodes d'analyse utilisées en routine ne permettent pas de différencier formellement les fragments de clivage des fibres asbestiformes ;

In fine :

- **En l'état actuel des connaissances sur les effets sanitaires, les fragments de clivage des amphiboles non asbestiformes d'actinolite, de trémolite, d'anthophyllite, de grunérite et de riébeckite ne doivent pas être distingués de leurs homologues asbestiformes (actinolite-amiante, trémolite-amiante, anthophyllite-amiante, amosite et crocidolite).**
- **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 et la winchite et la richtérite, constituants majoritaires des amphiboles de Libby, 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 et les fibres asbestiformes des PMA calciques et calco-sodiques, en particulier en raison des incertitudes/difficultés liées à leur caractérisation et à leur différenciation par les méthodes d'analyse utilisées en routine.**

12 Recommandations

Compte tenu des conclusions du GT, les recommandations suivantes sont proposées :

I. Concernant la terminologie employée :

- Que soient adoptées des définitions harmonisées pour la terminologie associée aux particules minérales, fondées sur des critères objectifs et acceptables pour les différentes disciplines s'intéressant aux particules minérales et pour les organismes réglementaires en France et en Europe. Des définitions faisant consensus au sein du GT ont été proposées dans le chapitre 2 du rapport.
- Que le terme particules minérales allongées (PMA) soit employé pour décrire les particules minérales allongées ayant un rapport d'allongement supérieur à 3, sans prise en compte de leur caractère asbestiforme ou non asbestiforme. Le terme PMA inclut donc les fibres asbestiformes et les particules minérales non asbestiformes, dont les fragments de clivage, répondant à ces critères dimensionnels. Dans le cadre de cette expertise, les PMA d'intérêt sont celles susceptibles d'être inhalées ($D < 3 \mu\text{m}$).

II. Recommandations en termes d'évaluation et de prévention des risques professionnels :

- Que les PMA issues des 5 amphiboles réglementaires à faciès asbestiforme ne soient pas différenciées de leurs 5 homologues non asbestiformes.
- Que les préconisations de la réglementation amiante s'appliquent aux PMA de longueur supérieure à $5 \mu\text{m}$ et de diamètre inférieur à $3 \mu\text{m}$ ($L/D > 3$; $L > 5 \mu\text{m}$ et $D < 3 \mu\text{m}$) suivantes :
 - Les 5 amphiboles asbestiformes réglementaires et leurs homologues non asbestiformes, c'est à dire aux espèces suivantes : actinolite et actinolite-amiante, anthophyllite et anthophyllite-amiante, trémolite et trémolite-amiante, grunérite et amosite, riébeckite et crocidolite ;
 - La winchite, la richtérite, la fluoro-édénite compte tenu des effets sanitaires similaires à ceux de l'amiante mis en évidence pour ces espèces minérales ;
 - L'ériónite, classée agent cancérigène pour l'Homme par le CIRC.
- Qu'en l'absence d'éléments permettant d'étayer une moindre toxicité des autres PMA de la famille des amphiboles calciques et calco-sodiques de longueur supérieure à $5 \mu\text{m}$ et de diamètre inférieur à $3 \mu\text{m}$ ($L > 5 \mu\text{m}$, $D < 3 \mu\text{m}$ et $L/D > 3$), soient mises en place *a minima* des dispositions permettant le suivi et la surveillance des sites, ainsi que la traçabilité et la réduction des expositions au niveau le plus bas possible des travailleurs à ces PMA. Néanmoins, le GT attire l'attention sur le fait qu'un dispositif de prévention plus sévère est justifié pour les PMA ayant un rapport d'allongement élevé du fait de l'existence d'un gradient de danger en fonction de la longueur et du diamètre, sans seuil dimensionnel identifiable. A titre d'exemple, un rapport d'allongement de 20 ($L/D > 20$) est retenu par l'EPA pour la distinction des particules asbestiformes et non asbestiformes.
- Que la surveillance épidémiologique du mésothéliome, principal traceur des pathologies pleurales dues aux expositions à des PMA cancérigènes soit poursuivie.

Concernant la caractérisation des matériaux :

Le GT attire l'attention sur les pratiques de gestion mises en œuvre dans plusieurs pays (ex. Allemagne, USA, Canada) consistant à fixer un seuil, sous forme de pourcentage massique, pour déclarer un matériau « amiantifère ». Cependant, les relations entre la teneur en amiante d'un matériau et sa capacité à libérer des fibres d'amiante dans l'air, c'est-à-dire son émissivité, ne sont pas simples à établir. L'émissivité d'un matériau amiantifère dépend de plusieurs facteurs, certains relatifs à la typologie de ses occurrences, les autres à ses conditions d'utilisation et aux contraintes mécaniques qui lui sont appliquées. A ce titre, l'étude PIMAC actuellement menée par le BRGM, en partenariat avec la DGPR et l'UNICEM, apportera des précisions sur la capacité de certains matériaux contenant des amphiboles à libérer des particules minérales allongées susceptibles d'être inhalées, en simulant artificiellement les effets de frottement et d'usure subis par le matériau au cours des processus d'extraction, de traitement et d'érosion.

Cette approche visant à déterminer l'émissivité d'un matériau est par ailleurs également en cours d'étude par l'US EPA.

Si un seuil devait être établi pour déclarer un matériau amiantifère en vue de sa commercialisation ou de son élimination et recyclage, le GT recommande qu'il s'agisse préférentiellement d'un seuil d'émissivité dans l'air. Dans l'attente d'établissement de ce seuil, un seuil pragmatique sous forme de pourcentage massique dans les matériaux pourrait être proposé.

Le GT attire l'attention sur le fait que plus les PMA émises dans l'air ou présentes dans les matériaux ont un rapport d'allongement élevé et un diamètre fin, plus le seuil proposé (pourcentage massique ou seuil d'émissivité) devrait être bas.

Concernant la conduite de travaux susceptibles d'engendrer une exposition à des PMA d'amphiboles calciques et calco-sodiques (carrières, chantiers routiers...) :

Le GT recommande, avant le démarrage des activités, que soient réalisées des cartographies des sites et des plans de repérage des PMA : réalisation de lames minces, études pétrographiques, caractérisation chimique des espèces présentes, en se référant au guide de l'INRS sur les travaux en terrains amiantifères (INRS, 2013).

Si la présence de PMA est avérée dans les matériaux, l'ensemble des recommandations précédentes doivent être appliquées.

En raison de l'incertitude sur l'émissivité, en cas d'identification de PMA, le CES insiste sur la nécessité de réaliser des mesures d'exposition aux PMA dans l'air.

Par ailleurs, le GT rappelle :

- Que d'autres professionnels du secteur des travaux publics en environnement naturel (ex. creusement de chaussées, de tunnels) ou mettant en œuvre des matériaux manufacturés à partir de matériaux naturels, peuvent être également exposés aux PMA ;
- Que ces travailleurs, outre l'exposition aux PMA, peuvent être exposés à d'autres facteurs de risque particulaire et/ou chimique cancérigène avérés parmi lesquels la silice cristalline ou les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP). Le GT souligne que la mise en œuvre de dispositifs de prévention de l'exposition aux PMA permet également de limiter l'exposition à la silice cristalline.

III. Recommandations relatives au prélèvement et à l'analyse des PMA d'amphiboles calciques et calco-sodiques dans les matériaux et l'air :

- Que les mesurages de PMA soient réalisés sans distinction de leur caractère asbestiforme ou non.
- Qu'un protocole d'échantillonnage soit défini pour la collecte d'échantillons naturels dans une carrière ou dans un chantier de BTP dans le but d'en contrôler la teneur en PMA. Le

protocole d'échantillonnage doit être élaboré avec des géologues, des métrologues et les maîtres d'ouvrage.

- Que la META soit utilisée pour la caractérisation des PMA dans l'air.
- Que la META soit utilisée pour compléter les analyses de matériaux et permettre d'observer les PMA fines.
- Qu'une base de données des différentes espèces d'amphiboles potentiellement présentes en France soit établie, en spécifiant les intervalles de compositions chimiques analysés en META. Ceci, réalisé avec les banques d'échantillons du BRGM, permettrait d'avoir des références plus complètes que les standards aujourd'hui commercialisés et qui ne présentent qu'une composition chimique moyenne par espèce d'amphibole.
- Que ne soient considérées dans les matériaux naturels que les PMA ayant une longueur supérieure à 5 µm et un diamètre inférieur à 3 µm ($L > 5 \mu\text{m}$, $D < 3 \mu\text{m}$).
- Que soit mentionnée dans les rapports d'analyse d'air et de matériaux, la présence de PMA de longueur inférieure à 5 µm et de diamètre inférieur à 3 µm ($L \leq 5 \mu\text{m}$, $D < 3 \mu\text{m}$), pour permettre leur traçabilité.

Compte tenu de la particularité des échantillons naturels, dont l'analyse requiert des compétences spécifiques comparativement aux échantillons de produits manufacturés, le GT recommande :

- Que le Cofrac rédige un document d'exigences spécifiques pour l'accréditation des organismes réalisant les analyses de matériaux naturels.
- Que les méthodes de préparation et d'analyse des échantillons de matériaux naturels (prise d'essai, traitement de l'échantillon, nombre d'essais pour conclure), soient normalisées, ce qui permettra une harmonisation des limites de détection des laboratoires.
- Que les rendus des résultats entre les laboratoires soient harmonisés. Les limites de détection et de quantification doivent *a minima* être mentionnées dans le rapport d'essai du laboratoire.
- Que les laboratoires participent à des essais interlaboratoires pour l'analyse de matériaux naturels, afin d'évaluer et de maintenir leurs compétences, et mieux prendre en compte les incertitudes liées à l'identification chimique.
- Que les analyses soient validées, en cas de doute, par consensus établi entre plusieurs analystes du même laboratoire ou, si le laboratoire ne dispose que d'un seul analyste, entre celui-ci et un ou plusieurs référents compétents identifiés dans ce domaine.
- Que les analystes chargés de l'analyse des matériaux naturels bénéficient d'une formation spécifique, notamment en minéralogie et microscopie.

L'ensemble des recommandations de métrologie doit s'appliquer aux matériaux manufacturés à partir de matériaux naturels susceptibles de contenir des PMA.

IV. En matière de veille scientifique et de recherche, le GT recommande :

- De conduire des études de toxicologie afin d'identifier de nouvelles caractéristiques responsables, le cas échéant, de la toxicité, en utilisant des échantillons de particules allongées, qu'il s'agisse de minéraux naturels ou de produits issus des nanotechnologies rigoureusement caractérisés sur le plan de la longueur, du diamètre, de la composition, de la structure, de la biopersistance etc. Des réseaux pluridisciplinaires sont à soutenir pour déterminer les relations entre les caractéristiques des particules et les effets biologiques, et modéliser la réponse biologique en fonction de sa nature et des caractéristiques des particules.
- De suivre les résultats des études en cours, en particulier celles relatives à la taconite.

- D'identifier les autres amphiboles et les autres espèces minérales susceptibles de générer des PMA et évaluer leur toxicité.
- D'encourager la poursuite des recherches épidémiologiques permettant d'analyser les impacts sanitaires liés à l'exposition aux PMA, et en particulier la survenue de mésothéliome en dehors des expositions caractérisées à l'amiante.
- De conduire des protocoles de mesures pour acquérir des connaissances et des données d'exposition sur des situations susceptibles d'émettre des PMA de longueur supérieure et inférieure à 5 µm.
- De réaliser des bases de données permettant de mettre à disposition les informations acquises, tant dans le domaine de la composition chimique, de l'émissivité, de la métrologie et de l'exposition que dans celui des effets biologiques.

Date de validation du rapport d'expertise collective par le groupe de travail et par le comité d'experts spécialisé : 15 octobre 2015.

13 Bibliographie

13.1 Publications

Addison J, Davies LST, Robertson A, Willey RJ (1988) The release of dispersed asbestos fibres from soils, report N°TM/88/14, IOM, 50 pp.

Addison J, Mc Connell EE (2008) A review of carcinogenicity studies of asbestos tremolite and other amphiboles. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 52, S187–S199

ADL (1983) Letter report from ET Peters, ADL, to Julie Yang, WR Grace, August 8, 1983. Administrative Record – Libby Asbestos Superfund Site

Aierken DY, Okazaki Y, Chew SH, Sakai A, Wang Y, Nagai H, Misawa N, Kohyama N, Toyokuni S (2014) Rat model demonstrates a high risk of tremolite but a low risk of anthophyllite for mesothelial carcinogenesis. *Nagoya J. Med. Sci.* 76, 149-160

Allen EM, Alexander BH, MacLehose RF, Ramachandran G, Mandel JH (2014) Mortality experience among Minnesota taconite mining industry workers. *Occup. Environ. Med.* 0, 1-6

Allen EM, Alexander BH, MacLehose RF, Nelson HH, Ryan AD, Ramachandran G, Mandel JH (2015) Occupational exposures and lung cancer risk among Minnesota taconite mining workers. *Occup. Environ. Med.* 0, 1-7

Amandus HE, Wheeler R, Jankovic J, Tucker J (1987a) The morbidity and mortality of vermiculite miners and millers exposed to tremolite–actinolite. Part I: exposure estimates. *Am. J. Ind. Med.* 11, 1–14

Amandus HE, Wheeler R (1987b) The morbidity and mortality of vermiculite miners and millers exposed to tremolite–actinolite. Part II: mortality. *Am. J. Ind. Med.* 11, 15–26

Afsset (2009a) Les fibres courtes et les fibres fines d'amiante. Prise en compte du critère dimensionnel pour la caractérisation des risques sanitaires liés à l'inhalation d'amiante. Réévaluation des données toxicologiques, métrologiques et épidémiologiques dans l'optique d'une évaluation des risques sanitaires en population générale et professionnelle. Rapport d'expertise collective. 394 pp. Maisons-Alfort, France

Afsset (2009b) Valeurs limites d'exposition en milieu professionnel. Evaluation des effets sur la santé et des méthodes de mesure des niveaux d'exposition sur le lieu de travail pour les fibres d'amiante. Rapport d'expertise collective. 97 pp. Maisons-Alfort, France

Anses (2010) Affleurements naturels d'amiante. Rapport d'étude. 248 pp. Maisons-Alfort

Anses (2012) Evaluation des risques relatifs au talc seul et au talc contaminé par des fibres asbestiformes et non asbestiformes. Rapport d'expertise collective. 162 pp. Maisons-Alfort, France

Anses (2014) Evaluation de la toxicité de l'antigorite. Rapport d'expertise collective. 116 pp. Maisons-Alfort, France

ATSDR (2002) Libby tests: Lung abnormality rates high. Atlanta, GA: U.S. Department of Health and Human Services

Aust AE, Cook PM, Dodson RF (2011): Morphological and chemical mechanisms of elongated mineral particle toxicities. *J. Toxicol. Environ. Health B* 14, 40-75

Axten CW, Foster D (2008) Analysis of airborne and waterborne particles around a taconite ore processing facility. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 52, S66–S72

Ballan G, Del Brocco A, Loizzo S, Fabbri A, Maroccia Z, Fiorentini C, Travaglione S (2014). Mode of action of fibrous amphiboles: the case of Biancavilla (Sicily, Italy). *Ann. Ist. Super Sanità* 50, 133-138

- Bandli BR, Gunter ME, Twamley B, Foit FF, Cornelius SB (2003) Optical, compositional, morphological, and X-ray data on eleven particles of amphibole from Libby, Montana, U.S.A. *Can. Mineral.* 41, 1241-1253.
- Bandli BR, Gunter ME (2012) Electron backscatter from unpolished particulate specimens: Examples of particle identification and application to inhalable mineral particulate identification. *Am. Mineral.* 97, 1269-1273
- Bandli BR, Gunter ME (2014) Scanning Electron Microscopy and Transmitted Electron Backscatter Diffraction examination of asbestos standard reference materials, amphibole particles differing morphology, and particle phase discrimination from talc ores. *Microscop. Microanal.* 1-12
- Bard D, Yarwood J, Tylee B, (1997) Asbestos fibre identification by Raman microspectroscopy. *J. Raman Spectrosc.* 28, 803–809
- Barlow CA, Lievens L, Gross S, Ronk CJ, Paustenbach DJ (2013) The role of genotoxicity in asbestos-induced mesothelioma: an explanation for the differences carcinogenic potential among fiber types. *Inhal. Toxicol.* 25, 553-567
- Bellamy JM, Gunter ME (2008) Morphological characterization of Libby “six-mix” used in vivo studies. *Periodico di Mineralogia* 77, 75-82
- Below JE, Cox NJ, Fukagawa NK, Hirvonen A, Testa JR (2011) Factors that impact susceptibility to fiber-induced health effects. *J. Toxicol. Environ. Health B Crit. Rev.* 14, 246-266
- Belpoggi F, Tibaldi E, Lauriola M, Bua L, Falcioni L, Chiozzotto D, Manservigi M, Manservigi M, Soffritti M (2011) The efficacy of long-term bioassays in predicting human risks: mesotheliomas induced by fluoro-edenitic fibres present in lava stone from the Etna volcano in Biancavilla, Italy. *Eur. J. Oncol.* 16, 185-196
- Berman DW, Crump KS, Chatfield EJ, Davis JMG, Jones AD (1995) The sizes, shapes, and mineralogy of asbestos structures that induce lung tumors or mesothelioma in 22 AF/HAN rats following inhalation. *Risk Anal.* 15, 181–195
- Bernstein DM, Chevalier J, Smith P (2005a) Comparison of Calidria chrysotile asbestos to pure tremolite: Inhalation biopersistence and histopathology following short-term exposure. *Inhal. Toxicol.* 15, 1387-1419
- Bernstein D, Rogers R, Smith P (2005b) The biopersistence of Canadian chrysotile asbestos following inhalation: final results through 1 year after cessation of exposure. *Inhal. Toxicol.* 17, 1-14
- Blake DJ, Bolin CM, Cox DP, Cardozo-Pelaez F, Pfau JC (2007) Internalization of Libby amphibole asbestos and induction of oxidative stress in murine macrophages. *Toxicol. Sci.* 99, 1277-1288
- Blake DJ, Wetzel SA, Pfau JC (2008) Autoantibodies from mice exposed to Libby amphibole asbestos bind SSA/Ro52-enriched apoptotic blebs of murine macrophages. *Toxicology* 246, 172-179
- Brattin B (2002) Memorandum: issues regarding cleavage fragments. Bill Brattin, Syracuse Research Corporation, May 9, 2002 Administrative Record—Libby Asbestos Superfund Site
- Broadbent VC, Everitt JI, Black B, Kane AB (2011) Non-neoplastic and neoplastic pleural endpoints following fiber exposure. *J. Toxicol. Environ. Health B Crit. Rev.* 14, 153-178
- Brown GM, Cowie H, Davis JMG, Donaldson K (1986) In vitro assays for detecting carcinogenic mineral fibers: a comparison of two assays and the role of fiber size. *Carcinogenesis* 7, 1971–1974
- Brown BM, Gunter ME (2003) Morphological and optical characterization of amphiboles from Libby, Montana U.S.A. by spindle stage assisted-Polarized light microscopy. *Microscope* 51, 121-140
- Bruni BM, Pacella A, Mazziotti-Tagliani S, Gianfagn A, Paoletti L (2006) Nature and extent of the exposure to fibrous amphiboles in Biancavilla. *Sci. Total Environ.* 370, 9- 16
- Bruni BM, Soggiu ME, Marsili G, Brancato A, Inglessis M, Palumbo L, Piccardi A, Beccaloni E, Falleni F, Mazziotti Tagliani S, Pacella A (2014) Environmental concentrations of fibers with fluoro-

edenitic composition and population exposure in Biancavilla (Sicily, Italy). *Ann. Ist. Super Sanità* 50, 119-126

Bruno C, Tumino R, Fazzo L, Cascone G, Cernigliaro A, De Santis M, Concetta Giurdanella M, Nicita C, Concetta Rollo P, Scondotto S, Spata E, Zona A, Comba P (2014) Incidence of pleural mesothelioma in a community exposed to fibres with fluoro-edenitic composition in Biancavilla (Sicily, Italy). *Ann. Ist. Super Sanità* 50, 111-118

Campbell WJ, Blake RL, Brown LL, Cather EE, Sjoberg JJ (1977) Selected Silicate Minerals and Their Asbestiform Varieties: Mineralogical Definitions and Identification- Characterization, US Department of the Interior, Bureau of Mines Information Circular IC 8751, Washington, DC 80 pp.

Case BW, Abraham JL, Meeker G, Pooley FD, Pinkerton KE (2011) Applying definitions of "asbestos" to environmental and "low-dose" exposure levels and health effects, particularly malignant mesothelioma. *J. Toxicol. Environ. Health B Crit. Rev.* 14, 3-39

CEAEQ (Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec) (2008) Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 8 – Échantillonnage des matières dangereuses, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 87 pp. Laval, Canada

Chamberlain M, Davies R, Brown RC, Griffiths DM (1982) In vitro tests for the pathogenicity of mineral dusts. *Ann. Occup. Hyg.* 26, 583-592

Chatfield EJ (2008) A procedure for quantitative description of fibrosity in amphibole minerals. 2008. Paper presented at the ASTM International 2008 Johnson conference: Critical issues in monitoring asbestos, Burlington, VT, 14–18

Chen Q, Marsh J, Ames B, Mossman B (1996) Detection of 8-oxo-2'-deoxyguanosine, a marker of oxidative DNA damage, in culture medium from human mesothelial cells exposed to crocidolite asbestos. *Carcinogenesis* 17, 2525-2527

Clinkenbeard, J.P., Churchill, R.K., and Lee, Kiyong, eds., 2002, Guidelines for geologic investigations of naturally occurring asbestos in California: California Department of Conservation, California Geological Survey Special Publication 124, 70 pp.

Coffin DL, Palekar LD (1978) EPA Study of biological effects of asbestos-like mineral fibers. National Bureau of Standards Special Publication 506. Proceedings of the Workshop on Asbestos: Definitions and Measurement Methods held at NBS, Gaithersburg, 14 pp.

Coffin DL, Palekar LD, Cook PM, (1982) Tumorigenesis by a ferroactinolite mineral. *Toxicol. Lett.* 13, 143–150

Coffin DL, Palekar LD, Cook PM (1983) Correlation of in vitro and in vivo methods by means of mass dose and fiber distribution for amosite and fibrous ferroactinolite. *Environ. Health Perspect.* 51, 49– 53

Comba P, Gianfagna A, Paoletti L (2003) The pleural mesothelioma cases in Biancavilla are related to the new fluoro-edenite fibrous amphibole. *Arch. Environ. Occup. Health* 58, 229-232

Cook PM, Palekar LD, Coffin DL, (1982) Interpretation of the carcinogenicity of amosite asbestos and ferroactinolite on the basis of retained fiber dose and characteristics in vivo. *Toxicol. Lett.* 13, 151–158

Cyphert JM, Padilla-Carlin DJ, Schladweiler MC, Shannahan JH, Nyska A, Kodavanti UP, Gavett SH (2012a) Long-term response of rats to single intratracheal exposure of Libby amphibole or amosite. *J. Toxicol. Environ. Health A* 75, 183-200

Cyphert JM, Nyska A, Mahoney RK, Schladweiler MC, Kodavanti UP, & Gavett, S. H. (2012b) Sumas Mountain chrysotile induces greater lung fibrosis in Fischer344 rats than Libby amphibole, El Dorado tremolite, and Ontario ferroactinolite. *Toxicol. Sci.* 130, 405-415

Cyphert JM, Carlin DJ, Nyska A, Schladweiler MC, Ledbetter AD, Shannahan JH, Kodavanti UP, Gavett SH (2015) Comparative long-term toxicity of Libby amphibole and amosite asbestos in rats after single or multiple intratracheal exposures. *J. Toxicol. Environ. Health A* 78, 151-165

- Davis JMG, Addison J, Bolton RE, Donaldson K, Jones AD, Miller BG, (1985) Inhalation studies on the effects of tremolite and brucite dust in rats. *Carcinogenesis* 5, 667–674
- Davis JMG, Addison J, Bolton RE, Donaldson K, Jones AD, Smith T (1986) The pathogenicity of long versus short fiber samples of amosite asbestos administered to rats by inhalation and intraperitoneal injection. *Br. J. Exp. Pathol.* 67, 415–430
- Davis JMG, Addison J, McIntosh C, Miller BG, Niven K, (1991) Variations in the carcinogenicity of tremolite dust samples of differing morphology. *Ann. N. Y. Acad. Sci.* 643, 473–490
- Dodson RF, Atkinson MA, Levin JL (2003) Asbestos fiber length as related to potential pathogenicity: a critical review. *Am. J. Ind. Med.* 44, 291-297
- Dodson RF, Levin JL (2013) Asbestos and Other Elongated Mineral Particles: Health-Related Issues. In 'Encyclopedia of Environmental Management', 10 pp.
- Donaldson K, Brown GM, Brown DM, Bolton RE, Davis JMG (1989) The inflammation-generating potential of long and short fibre amosite asbestos samples. *Br. J. Indust. Med.* 46, 271–276
- Donaldson K, Szymaniec S, Li XY, Brown DM, Brown GM (1991) Inflammation and immunomodulation caused by short and long amosite asbestos samples. Brown, R.C., Hoskins, J.A., Johnson, N.F. (Eds.), *Mechanisms in Fiber Carcinogenesis*. Plenum Press, New York, 20 pp.
- Donaldson K, Golyasny N (1995) Cytogenetic and pathogenic effects of long and short amosite asbestos. *J. Pathol.* 177, 303–307
- Donaldson K, Poland CA, Murphy FA, MacFarlane M, Chernova T, Schinwald A (2013) Pulmonary toxicity of carbon nanotubes and asbestos - similarities and differences. *Adv. Drug Deliv. Rev.* 65, 2078-2086
- Dorling M, Zussman J (1987) Characteristics of asbestiform and non-asbestiform calcic amphiboles. *Lithos.* 20, 469-489
- Duncan K, Ghio A, Dailey L, Bern A, Gibbs-Flournoy E, Padilla-Carlin D, Roggli V, Devlin R (2010) Effect of size fractionation on the toxicity of amosite and Libby amphibole asbestos. *Toxicol. Sci.* 118, 420-434
- Duncan KE, Cook PM, Gavett SH, Dailey LA, Mahoney RK, Ghio AJ, Roggli VL, Devlin RB (2014) In vitro determinants of asbestos fiber toxicity: effect on the relative toxicity of Libby amphibole in primary human airway epithelial cells. *Part. Fibre Toxicol.* 11, 1-14
- Dunning KK, Adjei S, Levin L, Rohs AM, Hilbert T, Borton E, Kapil V, Rice C, Lemasters GK, Lockey JE (2012). Mesothelioma associated with commercial use of vermiculite containing Libby amphibole. *J. Occup. Environ. Med.* 54, 1359-1363
- Fornero E, Belluso E, Capella S, Bellis D (2009) Environmental exposure to asbestos and other inorganic fibres using animal lung model. *Sci. Total Environ.* 407, 1010-1018
- Fubini B, Fenoglio I (2007) Toxic potential of mineral dusts. *Elements* 3, 407-414
- Gamble JF, Gibbs GW (2008) An evaluation of the risks of lung cancer and mesothelioma from exposure to amphibole cleavage fragments. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 52, S154-S186
- Germine M, Puffer JH (1989) Origin and development of flexibility in asbestiform fibers. *Mineralogical Magazine* 53, 327-335
- Gianfagna A, Oberti R (2001) Fluoro-edenite from Biancavilla (Catania, Sicily, Italy): Crystal chemistry of a new amphibole end-member. *Am. Mineral.* 86, 1489–1493
- Gianfagna A, Ballirano P, Bellatreccia F, Bruni B, Paoletti L, Oberti R (2003) Characterization of amphibole fibres linked to mesothelioma in the area of Biancavilla, Eastern Sicily, Italy. *Mineralogical Magazine* 67, 1221–1229
- Gianfagna A, Scordari F, Mazziotti Tagliani S, Ventruti G, Ottolini L (2007) Fluorophlogopite from Biancavilla (Mt Etna, Sicily, Italy): crystal chemistry of a new F-dominant analogue of phlogopite. *Am. Mineral.* 92,1601-1609
- Giantomassi F, Gualteri AF, Santarelli L, Tomastti M, Lusvardi G, Lucarini G, Governa M, Pugnali A (2010) Biological effects and comparative cytotoxicity of thermal transformed

asbestoscontaining materials in a human alveolar epithelial cell line. *Toxicology in vitro* 24, 1521-1531

Gillam J, Dement J, Lemen R, Wagoner J, Archer V, Blejer H (1976) Mortality patterns among hard rock gold miners exposed to an asbestiform mineral. *Ann. N. Y. Acad. Sci.* 271, 336-344

Goldberg JL, Zanella CL, Janssen YMW, Timblin CR, Jimenez LA, Vacek P, Taatjes DJ, Mossman DJ (1997) Novel cell imaging techniques show induction of apoptosis and proliferation in mesothelial cells by asbestos. *Am. J. Respir. Cell Mol. Biol.* 17, 265–271

Gunter ME, Dyar MD, Twamley B, Foit Jr FF, Cornelius S (2003) Composition, Fe³⁺/ΣFe, and crystal structure of non-asbestiform and asbestiform amphiboles from Libby, Montana, U.S.A. *Am. Mineral.* 88, 1970-1978

Guthrie GD (1992) Biological Effects of Inhaled Minerals. *Am. Mineral.* 77, 225-243

Gwinn MR (2011) Multiple Modes of Action of Asbestos and Related Mineral Fibers. *J. Toxicol. Environ. Health B Crit. Rev.* 14, 1–2

Hansen K, Mossman BT (1987) Generation of superoxyde (O₂⁻) from alveolar macrophages exposed to asbestiform and nonfibrous particles. *Cancer Res.* 47, 1681-1686

Harper M, Lee EG, Doorn SS, Hammond O (2008) Differentiating non-asbestiform amphibole and amphibole asbestos by size characteristics. *J. Occup. Environ. Hyg.* 5, 761-770

Harper M, Lee EG, Slaven JE, Bartley DL (2012) An Inter-Laboratory Study to Determine the Effectiveness of Procedures for Discriminating Amphibole Asbestos Fibers from Amphibole Cleavage Fragments in Fiber Counting by Phase-Contrast Microscopy. *Ann. Occup. Hyg.* 56, 645–659

Harper M, Van Gosen B, Crankshaw OS, Doorn SS, Ennis TJ, Harrison SE (2015) Characterization of Lone Pine, California, Tremolite Asbestos and Preparation of Research Material. *Ann. Occup. Hyg.* 59, 91-103

Harris KE, Bunker KL, Strohmeier BR, Hoch R, Lee RJ (2007) Discovering the true morphology of amphibole minerals: Complementary TEM and FESEM characterization of particles in mixed mineral dust. Méndez-Vilas, A., and Díaz, J., eds, 7 pp.

Hawthorne FC, Oberti R, Harlow GE, Maresch WV, Martin RF, Schumacher JC, Welch MD (2012) Nomenclature of the amphibole supergroup. *Am. Mineral.* 97, 2031-2048

Hillegass JM, Shukla A, MacPherson MB, Lathrop SA, Alexeeva V, Perkins TN, van der Vliet A, Vacek PM, Gunter ME, Mossman BT (2010) Mechanisms of oxidative stress and alterations in gene expression by Libby six-mix in human mesothelial cells. *Part. Fibre Toxicol.* 11, 7-26

Huang SX, Jaurand MC, Kamp DW, Whysner J, Hei TK (2011) Role of mutagenicity in asbestos fiber-induced carcinogenicity and other diseases. *J. Toxicol. Environ. Health B Crit. Rev.* 14, 179-245

Hwang J, Ramachandran G, Raynor PC, Alexander BH, Mandel JH (2013) Comprehensive Assessment of Exposures to Elongate Mineral Particles in the Taconite Mining Industry *Ann. Occup. Hyg.* 57, 966–978

Hwang J, Ramachandran G, Raynor PC, Alexander BH, Mandel JH (2014) The Relationship between Various Exposure Metrics for Elongate Mineral Particles (EMP) in the Taconite Mining and Processing Industry. *J. Occup. Environ. Hyg.* 11, 613-624

IARC (International Agency for Research on Cancer) (2012) IARC Monographs on the evaluation of the carcinogenic risks of chemicals to human Arsenic, metals, fibres, and dusts, 100 C. Lyon, France

IARC (International Agency for Research on Cancer) (2014) Carcinogenicity of fluoro-edenite, silicon carbide fibres and whiskers, and carbon nanotubes. *The Lancet* 15, 1427 – 1428

Ilgren EB, Chatfield E (1998) Coalinga fiber—a short amphibole-free chrysotile. Part 2: evidence for lack of tumourigenic activity. *Indoor Built Environ.* 7, 18–31

- Ilgren EB (2004) The biology of cleavage fragments: A brief synthesis and analysis of current knowledge. *Indoor Built Environ.* 13, 343-356
- INRS (2013a) Guide de prévention INRS ED6142 « Travaux en terrain amiantifère – opérations de génie civil de bâtiment et de travaux publics », 121 pp. Paris, France
- INRS (2013b) Guide de prévention INRS ED6028 « Exposition à l'amiante lors du traitement de déchets », 57 pp. Paris, France
- INRS (2014) Conseils aux employeurs : commander des mesures d'amiante dans l'air à des organismes accrédités, 6 pp. Paris, France
- Inserm (Institut national de la santé et de la recherche médicale) (1999) 'Effets sur la santé des fibres de substitution à l'amiante' (expertise collective). Rapport établi à la demande de la Direction Générale de la Santé et de la Direction des Relations du Travail (Ministère de l'Emploi et de la solidarité). 429 pp. Paris, France
- InVS (Institut national de Veille sanitaire) (2008) Grille de lecture. Echantillonnage et analyse des sols pollués. 28 pp. Saint-Maurice, France
- Janush J, Brattin W, Woodbury L, Berry D (2013) Evaluation of a fluidized bed asbestos segregator preparation method for the analysis of low-levels of asbestos in soil and other solid media. *Anal. Methods* 5, 1658-1668
- Janssen YMW, Heintz NH, Marsh JR, Borm PJA, Mossman BT (1994) Induction of c-jos and c-jun Proto-oncogenes in Target Cells of the Lung and Pleura by Carcinogenic Fibers. *Am. J. Respir. Cell Mol. Biol.* 11, 522-530
- Janssen YMW, Driscoll KE, Howard B, Quinlan TR, Treadwell M, Barchowsky AA, Mossman BT (1997a). Asbestos Causes Translocation of p65 Protein and Increases NF-KB DNA Binding Activity in Rat Lung Epithelial and Pleural Mesothelial Cells. *Am. J. Pathol.* 151, 389-401
- Janssen YMW, Matalon S, Mossman BT (1997b) Differential induction of c-fos, c-jun, and apoptosis in lung epithelial cells exposed to ROS or RNS. *Am. J. Physiol.* 273, 789-796
- Jaurand MC (1991) Mechanisms of fibre genotoxicity. Brown, R.C., Hoskins, J.A., Johnson, N.F. (Eds.), *Mechanisms in Fiber Carcinogenesis*. Plenum Press, New York, 20 pp.
- Kane (1991) Fiber dimensions and mesothelioma: a reappraisal of the Stanton Hypothesis. Brown, R.C., Hoskins, J.A., Johnson, N.F. (Eds.), *Mechanisms in Fiber Carcinogenesis*. Plenum Press, New York, 10 pp.
- Kodavanti UP, Andrews D, Schladweiler MC, Gavett SH, Dodd DE, Cyphert JM (2014) Early and delayed effects of naturally occurring asbestos on serum biomarkers of inflammation and metabolism. *J. Toxicol. Environ. Health A* 77, 1024-1039
- Lahondère D, Zammit C (2013) Exposition aux fibres asbestiformes dans l'industrie extractive : Identification des sites potentiellement concernés. Rapport BRGM/RP-61977-FR, 172 pp.
- Langer AM, Nolan RP, Addison J (1991) Distinguishing between Amphibole Asbestos Fibers and Elongate Cleavage Fragments of their Non-Asbestos Analogues. *Mechanisms in Fibre Carcinogenesis*. Plenum Press, New York, 14 pp.
- Langer AM (2008) Identification and enumeration of asbestos fibers in the mining environment: Mission and modification to the Federal Asbestos Standard. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 52, S207-S217
- Larson TC, Antao VC, Bove FJ (2010) Vermiculite worker mortality: Estimated effects of occupational exposure to Libby amphibole. *J. Occup. Environ. Med.* 52, 555-560
- Larson TC, Antao VC, Bove FJ, Cusack C (2012) Association between cumulative fiber exposure and respiratory outcomes among Libby vermiculite workers. *J. Occup. Environ. Med.* 54, 56-63
- Lee RJ (2002) Memorandum, February 21, 2002. Administrative Record—Libby Asbestos Superfund Site
- Lee RJ, Van Orden DR, Allison KA, Bunker KL, Huntington C (2009) Characterization of airborne amphibole particles in Libby, MT. *Indoor Built Environ.* 18, 524-530

- Lightfoot NE, Pacey MA, Darling S (2010) Gold, nickel and copper mining and processing. Chronic diseases in Canada 29, 101-124
- Lockey JE, Brooks SM, Jarabek AM, Khoury PR, McKay RT, Carson A, Morrison JA, Wiot JF, Spitz HB (1984) Pulmonary changes after exposure to vermiculite contaminated with fibrous tremolite. *Am. Rev. Respir. Dis.* 129, 952-958
- Marsh JP, Mossman BT (1988) Mechanisms of induction of ornithine decarboxylase activity in tracheal epithelial cells by asbestiform minerals. *Cancer research* 48, 709-714
- Mazziotti-Tagliani S, Andreozzi GB, Bruni BM, Gianfagna A, Pacella A, Paoletti L (2009) Quantitative chemistry and compositional variability of fluorine fibrous amphiboles from Biancavilla (Sicily, Italy). *Periodico di Mineralogia* 78, 65-74
- McConnell EE, Rutter HA, Ulland BM, Moore JA, (1983) Chronic effects of dietary exposure to amosite asbestos and tremolite in F344 rats. *Environ. Health Perspect.* 53, 27-44
- McConnell EE, Wagner JC, Skidmore JW, Moore JA, (1984) A comparative study of the fibrogenic and carcinogenic effects of UICC Canadian chrysotile B asbestos and glass microfiber JM 100. *Biological Effects of Man-made Mineral Fibers.* World Health Organization, 18 pp.
- McDonald JC, McDonald AD, Armstrong B, Sebastien P (1986a) Cohort study of mortality of vermiculite miners exposed to tremolite. *Occup. Environ. Med.* 43, 436-444
- McDonald JC, Sebastien P, Armstrong B (1986b) Radiological survey of past and present vermiculite miners exposed to tremolite. *Br. J. Ind. Med.* 43, 445-449
- McDonald C (1998) Mineral fibre persistence and carcinogenicity. *Ind. Health* 36, 372-375
- McDonald JC, Harris J, Armstrong B (2004) Mortality in a cohort of vermiculite miners exposed to fibrous amphibole in Libby, Montana. *Occup. Environ. Med.* 61, 363-366
- McGill University (1983) Analysis of analytical transmission electron microscopy of fibrous particles in Libby's air samples: preliminary results. Patrick Sebastien, Institute of Occupational Health and Safety. Administrative Record—Libby Asbestos Superfund Site
- McSwiggen PL, Morey GB (2008) Overview of the mineralogy of the Biwabik Iron Formation, Mesabi Iron Range, northern Minnesota. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 52, S11-25
- Meeker GP, Bern AM, Brownfield IK, Lowers HA, Sutley SJ, Hoefen TM, Vance JS (2003) The composition and morphology of amphiboles from the Rainy Creek Complex, near Libby, Montana. *Am. Mineral.* 88, 1955-1969
- Mijailovich SM, Hamada K, Tsuda A (2007) IL-8 response of cyclically stretching alveolar epithelial cells exposed to non-fibrous particles. *Ann. Biomed. Eng.* 35, 582-594
- Miller BG, Jones AD, Searl A, Buchanan D, Cullen RT, Soutar CA, Davis JMG, Donaldson K (1999) Influence of characteristics of inhaled fibres on development of tumours in the rat lung. *Ann. Occup. Hyg.* 43, 167-179
- Monchaux G, Bignon J, Jaurand MC, Lafuma J, Sebastien P, Masse R, Hirsch A, Goni J (1981) Mesotheliomas in rats following inoculation with acid-leached chrysotile asbestos and other mineral fibres. *Carcinogenesis* 2, 229-236
- Mossman BT, Hansen K, Marsh JP, Brew ME, Hill S, Bergeron M, Petruska J (1989) Mechanisms of fibre-induced superoxide release from alveolar macrophages and induction of superoxide dismutase in the lungs of rats inhaling crocidolite. *IARC Sci. Publ.* 90, 81-92
- Mossman BT, Sesko AM (1990) In vitro assays to predict the pathogenicity of mineral fibers. *Toxicology* 60, 53-61
- Moosman BT (2008) Assessment of the pathogenic potential of asbestiform vs. nonasbestiform particulates (cleavage fragments) in in vitro (cell or organ culture) models and bioassays. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 52, S200-S203
- Mossman BT, Lippmann M, Hesterberg TW, Kelsey KT, Barchowsky A, Bonner JC (2011) Pulmonary endpoints (lung carcinomas and asbestosis) following inhalation exposure to asbestos. *J. Toxicol. Environ. Health B Crit. Rev.* 14, 76-121

- MSHA (Mine Safety and Health Administration) (2005) Asbestos exposure limit; proposed rule. Fed Reg. July 29:43950–43989 Date accessed: June 30, 2008
- Musumeci G, Cardile V, Fenga C, Caggia S, Loreto C (2011) Mineral fibre toxicity: expression of retinoblastoma (Rb) and phospho-retinoblastoma (pRb) protein in alveolar epithelial and mesothelial cell lines exposed to fluoro-edenite fibres. *Cell Biol. Toxicol.* 27, 217-225
- NIOSH (National Institute for occupational Safety and Health) (2011) Asbestos fibers and other elongate mineral particles: state of the science and roadmap for research. *Current intelligence bulletin* 62. 174 pp.
- NTP National Toxicology Program (1990) Technical Report on the carcinogenesis bioassay of tremolite in Fischer 344/N rats feed study. NTP Technical Report No. 277, National Institute of Environmental Health Sciences NIH, Research Triangle Park, NC, USA 185 pp.
- Oberdörster G, Lehnert BE, (1991) Toxicological aspects of the pathogenesis of fiber-induced pulmonary effects. Brown, R.C., Hoskins, J.A., Johnson, N.F. (Eds.), *Mechanisms in Fiber Carcinogenesis*. Plenum Press, New York, 22 pp.
- OMS (Organisation mondiale de la Santé) (1998) Détermination de la concentration des fibres en suspension dans l'air. Méthode recommandée : la microscopie optique en contraste de phase (comptage sur membrane filtrante), 64 pp. Genève, Suisse
- Pacella AGB, Andreozzi GB, Fournier J, Stievano L, Giantomassi F, Lucarini G, Rippo MR, Pugnali A (2012) Iron topochemistry and surface reactivity of amphibole asbestos: relations with in vitro toxicity. *Anal. Bioanal. Chem.* 402, 871-881
- Padilla-Carlin DJ, Schladweiler MCJ, Shannahan JH, Kodavanti UP, Nyska A, Burgoon LD, Gavett SH (2011) Pulmonary inflammatory and fibrotic responses in Fischer 344 rats after intratracheal instillation exposure to Libby amphibole. *J. Toxicol. Environ. Health A* 74, 1111-1132
- Palekar LD, Spooner CM, Coffin DL (1979) Influence of crystallization habit of minerals on in vitro cytotoxicity. *Ann. N. Y. Acad. Sci.* 330, 673-686
- Paoletti L, Batisti D, Bruno C, Di Paola M, Gianfagna A, Mastrantonio M, Nesti M, Comba P (2000) Unusually high incidence of malignant pleural mesothelioma in a town of the eastern Sicily: an epidemiological and environmental study. *Arch. Environ. Occup. Health* 55, 392-398
- Pascal M, Daniau C, Mathieu A (2008) Une grille de lecture pour l'analyse des campagnes de mesures dans les sols. *Environnement, Risques & Santé* 7, 435-440
- Pierce LS (2011) A Survey of Fibrosity of Fibrous Amphiboles. 2011. Paper presented at the ASTM International 2011 Johnson conference: What We're Learning after a Quarter of a Century of Johnson Conferences, Burlington, VT, 4 pp.
- Pietruska JR, Johnston T, Zhitkovich A, Kane AB (2010) XRCC1 deficiency sensitizes human lung epithelial cells to genotoxicity by crocidolite asbestos and Libby amphibole. *Environ. Health Perspect.* 118, 1707-1713
- Pott F, Huth F, Friedrichs KH, (1974) Tumorigenic effects of fibrous dusts in experimental animals. *Environ. Health Perspect.* 9, 313–315
- Pott F, Ziem U, Reiffer FJ, Huth F, Ernst H, Mohr U (1987) Carcinogenicity studies on fibres, metal compounds, and some other dusts in rats. *Exp. Pathol.* 32, 129-152
- Pott F, Roller M, Ziem U, Reiffer FJ, Bellmann B, Rosenbruch M, Huth F, (1989) Carcinogenicity studies on natural and man-made fibers with the intraperitoneal test in rats. Bignon, J., Peto, J., Saracci, R. (Eds.), *Non-occupational Exposure to Mineral Fiber IARC Scientific Publications No. 90*. International Agency for Research on Cancer, 6 pp.
- Pott F, Roller M, Rippe RM, Germann PG, Bellmann B, (1991) Tumours by the intraperitoneal and intrapleural routes and their significance for the classification of mineral fibers. Brown, R.C., Hoskins, J.A., Johnson, N.F. (Eds.), *Mechanisms in Fiber Carcinogenesis*. Plenum Press, New York, 18 pp.

- Price B (2008a) Exposure to airborne amphibole structures and health risks: Libby, Montana. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 58, S97-S109.
- Price (2008b) Rapporteur's Report Session 5: experimental animal and epidemiological studies of asbestos and non-asbestos tremolite including ingestion studies. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 52, S204-S206
- Pugnaloni AF, Giantomassi F, Lucarini G, Capella S, Bloise A, Di Primio R, Belluso E (2013) Cytotoxicity induced by exposure to natural and synthetic tremolite asbestos: an in vitro pilot study. *Acta Histochem.* 115, 100-112
- Putnam EA, Smartt A, Groves A, Schwanke C, Brezinski M, Pershouse MA (2008) Gene expression changes after exposure to six-mix in a mouse model. *J. Immunotoxicol.* 5, 139-144
- Rapisarda V, Amati M, Coloccini S, Bolognini L, Gobbi L, Duscio D (2003) The in vitro release of hydroxyl radicals from dust containing fluoro-edenite fibers identified in the volcanic rocks of Biancavilla (eastern Sicily). *Med. Lav.* 94, 200-206
- Roller M, Pott F, Kamino K, Althoff GH, Bellmann B (1996) Results of current intraperitoneal carcinogenicity studies with mineral and vitreous fibres. *Exp. Toxicol. Pathol.* 48, 3-12
- Roller M, Pott F, Kamino K, Althoff GH, Bellmann B (1997) Dose-response relationship of fibrous dusts in intraperitoneal studies. *Environ. Health Perspect.* 105, 1253-1256
- Rohs A, Lockey J, Dunning K, Shukla R, Fan H, Hilbert T, Borton E, Wiot J, Meyer C, Shipley R, Lemasters G, Kapil V (2008). Low-level fiber-induced radiographic changes caused by Libby vermiculite: a 25-year follow-up study. *Am. J. Respir. Crit. Care Med.* 177: 630-637
- Rossana B, Carlo C, Paola M, Giovanna Z (2009) Rocks with asbestos: risk evaluation by means of an abrasion test. *Am. J. Environ. Sci.* 5, 501-507
- Salazar KD, Copeland CB, Luebke RW (2012) Effects of Libby amphibole asbestos exposure on two models of arthritis in the Lewis rat. *J. Toxicol. Environ. Health A* 75, 351-365
- Salazar KD, Copeland CB, Wood CE, Schmid JE, Luebke RW (2013) Evaluation of anti-nuclear antibodies and kidney pathology in Lewis rats following exposure to Libby amphibole asbestos. *J. Immunotoxicol.* 10, 329-333
- Sanchez MS, Lee RJ, Van Orden D (2008) Extinction characteristics of six tremolites with differing morphologies: *Microscope* 56, 13–27
- Santee K, Lott PF (2003) Asbestos analysis: A review. *Applied Spectroscopy Review* 38, 355–394
- Sesko A, Mossman B (1989) Sensitivity of hamster tracheal epithelial cells to asbestiform minerals modulated by serum and by transforming growth factor beta 1. *Cancer Res.* 49, 2743– 2749
- Shannahan JH, Schladweiler M, Padilla-Carlin D, Nyska A, Richards J, Ghio A, Gavett S, Kodavanti U (2011a) The role of cardiovascular disease-associated iron overload in Libby amphibole-induced acute pulmonary injury and inflammation. *Inhal. Toxicol.* 23, 129-141
- Shannahan JH, Ghio AJ, Schladweiler MC, McGee JK, Richards JH, Gavett SH, Kodavanti UP (2011b) The role of iron in Libby amphibole-induced acute lung injury and inflammation. *Inhal. Toxicol.* 23, 313-323
- Shannahan JH, Alzate O, Winnik WM, Andrews D, Schladweiler MC, Ghio AJ, Gavett SH, Kodavanti UP (2012a) Acute phase response, inflammation and metabolic syndrome biomarkers of Libby asbestos exposure. *Toxicol. Appl. Pharmacol.* 260, 105-114
- Shannahan JH, Ghio AJ, Schladweiler MC, Richards JH, Andrews D, Gavett SH, Kodavanti UP (2012b) Transcriptional activation of inflammasome components by Libby amphibole and the role of iron. *Inhal. Toxicol.* 24, 60-69
- Shannahan JH, Nyska A, Cesta M, Schladweiler MC, Vallant BD, Ward WO, Ghio AJ, Gavett SH, Kodavanti UP (2012c) Subchronic pulmonary pathology, iron overload, and transcriptional activity after libbyamphibole exposure in rat models of cardiovascular disease. *Environ. Health Perspect.* 120, 85-91

- Shannahan JH, Schladweiler MC, Thomas RF, Ward WO, Ghio AJ, Gavett SH, Kodavanti UP (2012d) Vascular and thrombogenic effects of pulmonary exposure to Libby amphibole. *J. Toxicol. Environ. Health A* 75, 213-231
- Siegrist HG, Wylie AG (1980) Characterizing and discriminating the shape of asbestos particles. *Environ. Res.* 23, 348-361
- Smartt AM, Brezinski M, Trapkus M, Gardner D, Putnam EA (2010) Collagen accumulation over time in the murine lung after exposure to crocidolite asbestos or Libby amphibole. *Environ. Toxicol.* 25, 68-76
- Smith WE, Hubert DD, Sobel HJ, Marquet E (1979) Biologic tests of tremolite in hamsters. Dement, J.A., Lemen, R.A. (Eds.), *Dusts and Disease*. Pathotox Publishers, Inc., Park Forest South, Illinois, 4 pp.
- Soffritti M, Minardi F, Bua L, Degli Esposti D, Belpoggi F (2004) First experimental evidence of pleural mesotheliomas induced by fluoro-edenite fibres present in Etnean volcanic material from Biancavilla (Sicily, Italy). *Eur. J. Oncol.* 9, 169-175
- Srivastava RK, Lohani M, Pant AB, Rahman Q (2010) Cyto-genotoxicity of amphibole asbestos fibers in cultured human lung epithelial cell line: role of surface iron. *Toxicol. Ind. Health* 26, 575-582
- Stanton MF, Layard M, Tegeris A, Miller E, May M, Morgan E, Smith A (1981) Relation of particle dimension to carcinogenicity in amphibole asbestoses and other fibrous minerals. *J. Natl. Cancer Ins.* 67, 965-975
- Steenland K, Brown D (1995) Mortality study of gold miners exposed to silica and nonasbestiform amphibole minerals: an update with 14 more years of follow-up. *Am. J. Ind. Med.* 27, 217-229
- Strohmeier BR, Huntington JC, Bunker KL, Sanchez MS, Allison K, Lee RJ (2010) What is asbestos and why is it important? Challenges of defining and characterizing asbestos. *International Geology Review* 52, 801-872
- Sullivan PA (2007) Vermiculite, respiratory disease, and asbestos exposure in Libby, Montana: update of a cohort mortality study. *Environ. Health Perspect.* 115, 579-585
- Travaglione S, Bruni B, Falzano L, Paoletti L, Fiorentini C (2003) Effects of the new-identified amphibole fluoro-edenite in lung epithelial cells. *Toxicol. In vitro* 17, 547-552
- Travaglione S, Bruni B, Falzano L, Filippini P, Fabbri A, Paoletti L, Fiorentini C (2006) Multinucleation and pro-inflammatory cytokine release promoted by fibrous fluoro-edenite in lung epithelial A549 cells. *Toxicol. in vitro* 20, 841-850
- Turci F, Tomatis M, Compagnoni R, Fubini B (2009) Role of associated mineral fibres in chrysotile asbestos health effects: the case of balangeroite. *Ann. Occup. Hyg.* 53, 491-497
- University of Minnesota School of Public Health (2014) Final report to the legislature Minnesota taconite workers health study. November 24, 2014. 205 pp. En ligne : http://taconiteworkers.umn.edu/news/documents/Taconite_FinalReport_120114.pdf
- US EPA (2014) Toxicological review of Libby amphibole asbestos. In support of summary Information on the Integrated Risk Information (IRIS). 685 pp. En ligne : http://cfpub.epa.gov/ncea/iris/iris_documents/documents/toxreviews/1026tr.pdf
- USIRF, DGT, CNAMTS, FNTP, INRS, OPPBTP, GNMSTBTP (2013) Guide : Investigations préalables aux travaux de raboutage, démolition, recyclage et réutilisation d'enrobés bitumineux pour déterminer l'absence ou la présence d'amiante ou de HAP en forte teneur. Guide d'aide à la caractérisation des enrobés bitumineux. 11 pp.
- Vasilewa LA, Pylev LN, Wozniak H, Wiecek E (1991) Biological activity of synthetic amphibole asbestos. *Pol. J. Occup. Med. Environ. Health* 4, 33-41
- Van Orden DR, Lee RJ, Badger S (2006) Characterizing asbestos fiber comminution resulting from preparation of environmental samples. *Powder Technol.* 162, 183-189

- Van Orden DR, Allison KA, Lee RJ (2008) Differentiating amphibole asbestos from non-asbestos in a complex mineral environment. *Indoor Built Environ.* 17, 58-68
- Van Orden 2009, Lee RJ, Allison KA, Addison J (2009) Width Distributions of Asbestos and Non-Asbestos Amphibole Minerals. *Indoor Built Environ.* 8, 531–540
- Verkouteren JR, Wylie AG (2002) Anomalous optical properties of fibrous tremolite, actinolite, and ferro-actinolite, *Am. Mineral.* 87, 1090-1095
- Vinikoor LC, Larson TC, Bateson TF, Birnbaum L (2010) Exposure to asbestos-containing vermiculite ore and respiratory symptoms among individuals who were children while the mine was active in Libby, Montana. *Environ. Health Perspect.* 118, 1033-1038
- Wagner JC, Chamberlain M, Brown RC, Berry G, Pooley FD, Davies R, Griffiths DM (1982) Biological effects of tremolite. *Br. J. Cancer* 45, 352–360
- Wagner JC, Berry GB, Hill RJ, Munday DE, Skidmore JW (1984) Animal experiments with MMMVF—effects of inhalation and intrapleural inoculation in rats. In: *Biological Effects of Man-made Mineral Fibers*. World Health Organization, 23 pp.
- Walton WH (1982) The nature, hazards, and assessment of occupational exposure to airborne asbestos dust: A review. *Ann. Occup. Hyg.* 25, 115–247
- Weill D, Dhillon G, Freyder L, Lefante J, Glindmeyer H (2011) Lung function, radiological changes and exposure: Analysis of ATSDR data from Libby, MT, USA. *Eur. Respir. J.* 38, 376-383
- Williams C, Dell L, Adams R, Rose T, Van Orden D (2013) State-of-the-science assessment of non-asbestos amphibole exposure: Is there a cancer risk? *Environ. Geochem. Health* 35, 357-377
- Wilson REE, McConnell EE, Ross M, Axten CW, Nolan RP (2008) Risk assessment due to environmental exposures to fibrous particulates associated with taconite ore. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 52, S232-S245
- Woodworth CD, Mossman BT, Craighead JE (1983) Induction of squamous metaplasia in organ cultures of hamster trachea by naturally occurring and synthetic fibers. *Cancer Res.* 43, 4906-4912
- Wylie AG (1979) Fiber length and aspect ratio of some selected asbestos samples. *New York Academy of Sciences Annals* 330, 605-610
- Wylie AG, Virta RL, Russek E (1985) Characterizing and discriminating airborne amphibole cleavage fragments and amosite fibers: Implications for the NIOSH method. *Am. Indust. Hyg. Assoc.* 46, 197-201
- Wylie AG (1988) Relationship between the growth habit of asbestos and the dimensions of asbestos fibers. *Minning engineering*, 1036-1040
- Wylie AG, Bailey KF, Kelse JW, Lee RJ (1993) The importance of width on asbestos fiber carcinogenicity and its implication for public policy. *Am. Indust. Hyg. Assoc. J* 54, 239–252
- Wylie AG, Catherine H, Skinner W, Marsh J, Snyder H, Garziona C, Hodgkinson D, Winters R, Mossman BT (1997) Mineralogical features associated with cytotoxic and proliferative effects of fibrous talc and asbestos on rodent tracheal epithelial and pleural mesothelial cells. *Toxicol. Appl. Pharmacol.* 147, 143-150
- Wylie AG (1999) The habit of asbestiform amphiboles: Implications for the analysis of bulk samples. *Advances in Environmental Measurement Methods for Asbestos*, Conshohocken, PA, United States Boulder, CO, USA, ASTM
- Wylie AG, Candela PA (2015) Methodologies for Determining the Sources, Characteristics, Distribution, and Abundance of Asbestiform and Nonasbestiform Amphibole and Serpentine in Ambient Air and Water. *J. Toxicol. Environ. Health B: Crit. Rev.* 18, 1-42
- Yang HY, Shie RH, Chen PC (2013a) Carving of non-asbestiform tremolite and the risk of lung cancer: a follow-up mortality study in a historical nephrite processing cohort. *Occup. Environ. Med.* 0, 1-6
- Yang HY, Shie RH, Chen PC (2013b) Pulmonary Fibrosis in Workers Exposed to Non-asbestiform Tremolite Asbestos Minerals. *Epidemiology* 24, 143–149

Yegles M, Janson X, Dong HY, Renier A, Jaurand MC (1995) Role of fibre characteristics on cytotoxicity and induction of anaphase/telophase aberrations in rat pleural mesothelial cells in vitro: correlations with in vivo animal findings. *Carcinogenesis* 16, 2751-2758

Zanella CL, Posada J, Tritton TR, Mossman BT (1996) Asbestos Causes Stimulation of the Extracellular Signal-regulated Kinase 1 Mitogen-activated Protein Kinase Cascade after Phosphorylation of the Epidermal Growth Factor Receptor. *Cancer Res.* 56, 5334-5338

Zanella CL, Timblin CR, Cummins A, Jung M, Goldberg J, Raabe R, Tritton TR, Mossman BT (1999) Asbestos-induced phosphorylation of epidermal growth factor receptor is linked to c-fos and apoptosis. *Am. J. Physiol. Lung Cell. Mol. Physiol.* 277, 684-693

Zanko LM, Niles HB, Oreskovich JA (2008) Mineralogical and microscopic evaluation of coarse taconite tailings from Minnesota taconite operations. *Regul. Toxicol. Pharmacol.* 52, S51–S65

Zumwalde R, Ludvig H, Dement J (1981) Industrial hygiene report- Homestake Mining Company, Lead, South Dakota. Cincinnati (OH): IWSB, DHSEFS, NIOSH

13.2 Normes et méthodes d'analyse

AS (Australian Standard) 4964-2004 (mars 2004) Method for the qualitative identification of asbestos in bulk samples

ASTM (American Society for Testing and Materials) (1995) Standard D5755 – Test method for microvacuum sampling and indirect analysis by transmission electron microscopy for asbestos structure number concentrations

ASTM (American Society for Testing and Materials) Critical Issues in Monitoring Asbestos : Risk Management versus Risk Assessment, Analysis of Asbestos in Soils, Definitions for Asbestos and Cleavage Fragments, Quality Assurance, Monitoring Applications, Dose Response and Health Risks In '2008 ASTM Johnson Conference', 2008, University of Vermont, p. 93

CARB (California environmental protection agency air resources board) (1991) Method 435 : determination of asbestos content of serpentine aggregate

EPA (Environmental protection agency) (1990) Environmental asbestos assessment manual : Superfund method for the determination of asbestos in ambient air. EPA/540/2-90/005 a

EPA (Environmental protection agency) (1993) Test Method : Method for determination of asbestos in bulk building materials. EPA/600/R-93/116

HSE (2006) Asbestos: The analysts' guide for sampling, analysis and clearance procedures. 100 pp.

HSG 248 – Appendice 2 : Asbestos: the analysts'guide for sampling, analysis and clearance procedures. Asbestos in bulk materials : sampling and identification by polarized light microscopy (PLM)

IRSST (Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail) (1990) Numération des fibres. Méthode analytique 243-1

IRSST (Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail) (2015) Méthodes de laboratoire. Caractérisation des fibres dans les poussières déposées ou dans les matériaux en vrac. Méthode analytique 244

ISO 10312 (1995) Ambient air -- Determination of asbestos fibres -- Direct transfer transmission electron microscopy method

ISO 13794 (juillet 1999) Air ambiant - Dosage des fibres d'amiante - Méthode par microscopie électronique à transmission par transfert indirect

ISO 14966 (novembre 2002) Air ambiant -- Détermination de la concentration en nombre des particules inorganiques fibreuses -- Méthode par microscopie électronique à balayage

ISO 16000-7 (août 2007) Air intérieur -- Partie 7: Stratégie d'échantillonnage pour la détermination des concentrations en fibres d'amiante en suspension dans l'air

- NF EN 932-1 (décembre 1996) Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats - Partie 1 : méthodes d'échantillonnage
- NF EN 13043 (août 2003) Granulats pour mélanges hydrocarbonés et pour enduits superficiels utilisés dans la construction des chaussées, aérodromes et d'autres zones de circulation
- NF EN 1097-1 (août 2011) Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 1 : détermination de la résistance à l'usure (micro-Deval)
- NF EN 15875 (décembre 2011) Caractérisation des déchets - Essai statique pour la détermination du potentiel de génération d'acide et du potentiel de neutralisation des déchets sulfurés
- NF GA X 46-033 (août 2012) Guide d'application de la norme NF EN ISO 16000-7 - Stratégie d'échantillonnage pour la détermination des concentrations en fibres d'amiante en suspension dans l'air
- NF ISO 22262-1 (août 2012) Qualité de l'air – matériaux solides – partie 1 : échantillonnage et dosage qualitative de l'amiante dans les matériaux solides d'origine commerciale
- NF ISO 22262-2 (octobre 2014) Qualité de l'air – matériaux solides – partie 2 : dosage quantitative de l'amiante en utilisant les méthodes gravimétrique et microscopique
- NF P 11-300 (septembre 1992) Exécution des terrassements - Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières
- NF X 50-110 (mai 2003) Qualité en expertise – Prescriptions générales de compétence pour une expertise.
- NF X 43-050 (janvier 1996) Qualité de l'air – détermination de la concentration en fibres d'amiante par microscopie électronique à transmission – Méthode indirecte
- NIOSH (National institute for Occupational Safety and Health) (1994) Asbestos and other fibers by PCM. Method 7400
- NIOSH (National institute for Occupational Safety and Health) (1994) Asbestos by TEM. Method 7402
- NIOSH (National institute for Occupational Safety and Health) (1994) Asbestos (bulk) by PLM. Method 9002
- SRC-Libby-02 (Libby superfund site standard operating procedure) (2003) Quantification of asbestos in soil by SEM/EDS
- SRC-Libby-03 (Libby superfund site standard operating procedure) (2005) Analysis of Asbestos Fibers in Soil By Polarized Light Microscopy (PLM)
- VDI 3492 (octobre 2004) Indoor air measurement, ambient air measurement. Measurement of inorganic fibrous particles Scanning electron microscopy method
- XP P 18-553 (octobre 1978) Granulats – préparation d'un échantillon pour essai
- XP X 43-269 (avril 2012) Qualité de l'air - Air des lieux de travail - Prélèvement sur filtre à membrane pour la détermination de la concentration en nombre de fibres par les techniques de microscopie : MOCP, MEBA et META - Comptage par MOCP

13.3 Législation et réglementation

Arrêté du 6 mars 2003 relatif aux compétences des organismes procédant à l'identification d'amiante dans les matériaux et produits. JORF n°66 du 19 mars 2003

Arrêté du 5 mai 2010 modifiant l'arrêté du 22 septembre 1994 relatif aux exploitations de carrières et aux installations de premier traitement des matériaux de carrière pour la prise en compte des dispositions de la directive européenne concernant la gestion des déchets de l'industrie extractive. JORF n°0198 du 27 août 2010

Arrêté du 19 août 2011 relatif aux modalités de réalisation des mesures d'empoussièrement dans l'air des immeubles bâtis. JORF n°0202 du 1 septembre 2011

Arrêté du 12 mars 2012 relatif au stockage des déchets d'amiante. JORF n°0083 du 6 avril 2012

Arrêté du 14 août 2012 relatif aux conditions de mesurage des niveaux d'empoussièrement, aux conditions de contrôle du respect de la valeur limite d'exposition professionnelle aux fibres d'amiante et aux conditions d'accréditation des organismes procédant à ces mesurages. JORF n°0195 du 23 août 2012

Arrêté du 7 mars 2013 relatif au choix, à l'entretien et à la vérification des équipements de protection individuelle utilisés lors d'opérations comportant un risque d'exposition à l'amiante. JORF du 14 mars 2013

Arrêté du 8 avril 2013 relatif aux règles techniques, aux mesures de prévention et aux moyens de protection collective à mettre en œuvre par les entreprises lors d'opérations comportant un risque d'exposition à l'amiante. JORF du 17 avril 2013

Circulaire du 15 mai 2013 portant instruction sur la gestion des risques sanitaires liés à l'amiante dans le cas de travaux sur les enrobés amiantés du réseau routier national non concédé (Texte non paru au *Journal officiel*)

Décret 96-1133 du 24 décembre 1996 relatif à l'interdiction de l'amiante, pris en application du code du travail et du code de la consommation. JORF n°300 du 26 décembre 1996

Décret 2012-639 du 4 mai 2012 relatif aux risques d'exposition à l'amiante. JORF n°0106 du 5 mai 2012

Décret 2013-594 du 5 juillet 2013 relatif aux risques d'exposition à l'amiante. JORF n°0156 du 7 juillet 2013

Décret 2013-797 du 30 août 2013 fixant certains compléments et adaptations spécifiques au code du travail pour les mines et carrières en matière de poussières alvéolaires. JORF n°0203 du 1 septembre 2013

Décret n° 2014-802 du 16 juillet 2014 portant abrogation du titre « Amiante » du règlement général des industries extractives

Décret 2015-789 du 29 juin 2015 relatif aux risques d'exposition à l'amiante. JORF n°0150 du 1 juillet 2015

Directive 76/769/CEE du Conseil, du 27 juillet 1976, concernant le rapprochement des dispositions législatives, réglementaires et administratives des États membres relatives à la limitation de la mise sur le marché et de l'emploi de certaines substances et préparations dangereuses

Directive 83/477/CEE du Conseil du 19 septembre 1983 concernant la protection des travailleurs contre les risques liés à une exposition à l'amiante pendant le travail (deuxième directive particulière au sens de l'article 8 de la directive 80/1107/CEE)

Directive 99/77/CE du 26 juillet 1999 de la commission portant sixième adaptation aux progrès technique (amiante) de l'annexe I de la directive 76-769 CEE du Conseil concernant le rapprochement des dispositions législatives, réglementaires et administratives des États Membres relatives à la limitation de la mise sur le marché et de l'emploi de certaines substances et préparations dangereuses. JOUE du 6 août 1999

Directive 2003/18/CE du 27 mars 2003 du Parlement européen et du Conseil modifiant la directive 83/477/CEE du Conseil concernant la protection des travailleurs contre les risques liés à l'exposition à l'amiante pendant le travail. JOUE du 15 avril 2003

Directive 2006/21/CE du 15 mars 2006 du Parlement européen et du Conseil du 15 mars 2006 concernant la gestion des déchets de l'industrie extractive. JOUE n°102 du 11 avril 2006

Directive n°2008/98/CE du 19 novembre 2008 du Parlement européen et du Conseil relative aux déchets et abrogeant certaines directives. JOUE n°312 du 19 novembre 2008

Directive 2009/148/CE du 30 novembre 2009 du Parlement européen et du Conseil concernant la protection des travailleurs contre les risques liés à une exposition à l'amiante pendant le travail. JOUE n°330 du 16 décembre 2009

Règlement REACH (CE) n° 1907/2006 du 18 décembre 2006 concernant l'enregistrement, l'évaluation et l'autorisation des substances chimiques, ainsi que les restrictions applicables à ces substances (REACH), instituant une agence européenne des produits chimiques, modifiant la directive 1999/45/CE et abrogeant le règlement (CEE) no 793/93 du Conseil et le règlement (CE) no 1488/94 de la Commission ainsi que la directive 76/769/CEE du Conseil et les directives 91/155/CEE, 93/67/CEE, 93/105/CE et 2000/21/CE de la Commission (JOUE L396 du 30 décembre 2006)

TRGS 517 Technische Regeln für Gefahrstoffe 517 (2013) Règles techniques relatives aux substances dangereuses. Activités mettant en oeuvre des matières premières minérales susceptibles de contenir de l'amiante ou des mélanges et produits fabriqués à partir de celles-ci. 38p

ANNEXES

Annexe 1 : Lettre de saisine

MINISTÈRE DES AFFAIRES
SOCIALES ET DE LA SANTÉ

Direction générale de la santé

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

Direction générale de la
prévention des risques

MINISTÈRE DU TRAVAIL, DE
L'EMPLOI ET DU DIALOGUE
SOCIAL

Direction générale du travail

COURRIER ARRIVE

28 AOÛT 2014

DIRECTION GÉNÉRALE

2014-SA-0196

Paris le 25 AOÛT 2014

Le Directeur général de la santé

La Directrice générale de la prévention des
risques

Le Directeur général du travail

à

Monsieur Marc MORTUREUX, Directeur
général de l'Agence nationale de sécurité
sanitaire de l'alimentation, de
l'environnement et du travail
27-31 Avenue du Général Leclerc
94701 Maisons-Alfort

Objet : Saisine de l'Anses relative à la présence de fragments de clivage naturellement présents dans les matériaux

PJ :- Dossier relatif au chantier de Saint-Brieuc

- Travaux en cours par le BRGM de recherche d'amiante dans les carrières en exploitation

Des signalements de services déconcentrés nous ont alerté sur la présence possible de fibres d'amiante actinolite dans les granulats enrobés routiers ainsi que de « fragments de clivage ».

Il ne s'agit pas ici de fibres d'amiante ajoutées volontairement dans les enrobés pour leurs propriétés de résistance comme ce fut le cas entre 1970 et 1995 mais des granulats amiantés naturellement extraits des carrières ces dernières décennies. Une annexe relative à la recherche d'amiante dans les carrières en exploitation en cours de réalisation par le Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM) à la demande de la Direction générale de la prévention des risques (DGPR) est également jointe en annexe.

Vous trouverez joint à ce courrier à titre d'exemple les éléments concernant le chantier d'aménagement de l'espace public à Saint-Brieuc. Cette situation n'est pas isolée et la réalisation de travaux routiers aurait conduit, selon les informations à notre disposition à trouver de l'amiante (autre que chrysotile) à plusieurs reprises sur d'autres chantiers ces derniers mois.

A la demande de la DGPR et de la Direction générale du travail (DGT), un groupe de travail constitué de l'INRS, du Laboratoire d'étude des particules inhalées (LEPI), du Laboratoire d'essais des matériaux (LEM), du BRGM et de l'Institut national de l'environnement industriel et des risques (INERIS), a été mis en place afin d'élaborer un protocole technique pour l'échantillonnage, le prélèvement, l'analyse et l'identification des fibres d'amiante dans les fragments de roches, notamment ceux commercialisés par les exploitants de carrières.

Etant donné les éléments de contexte précisés ci-dessus et en annexe, nous souhaitons que l'Anses puisse apporter des éléments de réponse aux questions suivantes :

- Existe-t-il des données toxicologiques et épidémiologiques concernant les fragments de clivage issus des minéraux à faciès non asbestiformes actinolite, trémolite, anthophyllite, riébeckite et grunérite ? Si oui, quelles sont vos conclusions quant à leurs effets sur la santé ?
- Quel est l'état des lieux des données disponibles concernant les expositions spécifiques aux fragments de clivage issus des minéraux cités précédemment ?
- Existe-t-il des méthodes d'analyse de « routine », c'est-à-dire pouvant être mises en œuvre par des organismes accrédités par le Comité français d'accréditation (COFRAC), permettant de distinguer les fibres d'amiante-actinolite, d'amiante-trémolite, d'amiante-anthophyllite, de l'amosite, et de la crocidolite, des fragments de clivage issus des minéraux cités précédemment, d'actinolite, de trémolite et d'anthophyllite non asbestiformes ? Dans la négative, quelles sont les techniques complémentaires actuelles qui permettraient de faire cette distinction ? En particulier, des critères supplémentaires autres que les critères morphologiques aujourd'hui utilisés (L, D et L/D) ont-ils été étudiés ?

En conclusion de votre expertise, vous voudrez bien proposer des recommandations concernant la protection et la prévention des risques pour la santé des personnes exposées à ces fragments de clivage.

Nous vous saurions gré de nous faire parvenir le rapport en réponse à cette saisine pour le 30 mars 2015.

Le directeur général de la santé

Benoît VALLET

La Directrice générale adjointe
de la santé,

18 AOUT 2014

Françoise WEBER

La directrice générale de la
prévention des risques

Patricia BLANC



Le directeur général du travail

Yves STRUILLOU



Copie: Nedde / Dgitw

ANNEXE

Les dispositions réglementaires en matière de santé et sécurité au travail dans les industries extractives ne figuraient pas dans le code du travail mais dans le règlement général des industries extractives (RGIE) jusqu'en 2009.

La loi 2009-526 du 12 mai 2009 a modifié ce dispositif : le code du travail s'applique dorénavant dans les carrières mais il peut être complété par des décrets lorsque les spécificités de l'industrie extractive le nécessitent.

Le titre Amiante du RGIE est en cours d'abrogation. Le travail préparatoire à cette abrogation a conduit la DGPR à demander au BRGM un état des lieux précis sur la question.

A partir de recherches documentaires et cartographiques, le BRGM a considéré que 50 carrières (le cas des carrières de matériaux allochtones sera traité ultérieurement) étaient susceptibles de présenter des occurrences d'amiante.

La visite des 50 carrières (avec prise d'échantillons et analyses) est en cours de réalisation et devrait être terminée fin juin.

Les amphiboles rencontrées sur les 50 carrières visitées sont exclusivement de l'actinolite, à l'exception (pour l'instant) de deux exploitations présentant l'une de la trémolite (Deux-Sèvres) et l'autre de l'anthophyllite (Loire-Atlantique).

Si la présence d'amiante de façon plus ou moins importante semble se confirmer dans quelques carrières, le nombre de cas où des fragments de clivage ont pu être identifiés est plus important. Les dispositions de la section 3 du chapitre 2 du titre I du livre 4 du code du travail relative aux risques d'exposition à l'amiante ne couvrent pas le cas des expositions aux fragments de clivage.

Annexe 2 : Présentation des positions divergentes

Absence de position divergente au sein du GT et du CES.

Annexe 3 : Suivi des actualisations du rapport

Date	Version	Pages	Description de la modification
Octobre 2015	01		Première version
Novembre 2015	02	15 et 28-29	A l'issue des échanges avec la DGT qui se sont tenus au cours de la réunion de restitution du 9 novembre 2015, le contexte réglementaire ayant conduit à la découverte d'actinolite dans les granulats d'enrobés routiers a été précisé. Le paragraphe suivant a été ajouté : « <i>Dans le cadre des évolutions de la réglementation suite aux avis de l'Afsset de 2009 (Afsset 2009a et 2009b) et de l'Anses de 2010 (Anses, 2010), le décret du 4 mai 2012 relatif aux risques d'exposition à l'amiante a rappelé la portée de l'obligation d'évaluation préalable des risques incombant au donneur d'ordre, sur la base des articles L.4121-3 et L.4531-1 du Code du travail. S'agissant de l'amiante, cela se traduit par des repérages avant travaux, dont les résultats conduisent le donneur d'ordre à mettre ou non son opération sous réglementation amiante et permettent à l'entreprise de procéder à sa propre analyse de risques. Dans ce contexte réglementaire, la circulaire du 15 mai 2013 de la Direction Générale des Infrastructures, des Transports et de la Mer (DGITM) du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) porte instruction sur la gestion des risques sanitaires liés à l'amiante dans le cas de travaux sur les enrobés amiantés du réseau routier national non concédé. Cette instruction opérationnelle porte notamment sur la cartographie des zones amiantées, les modalités d'intervention, la gestion des déchets, l'information du personnel et s'applique au réseau routier national. De nombreuses analyses d'amiante ont en conséquence été réalisées sur différents chantiers routiers, dans l'objectif de rechercher de l'amiante chrysotile. En effet, le chrysotile a été utilisé volontairement dans les enrobés routiers dans les années 1975-1995 à hauteur de 1 % en masse pour ses propriétés de résistance. Ce faisant, la présence d'actinolite dans les granulats a été décelée lors de l'analyse des carottages effectués ».</i>
		25	A l'issue des échanges avec la DGT qui se sont tenus au cours de la réunion de restitution du 9 novembre 2015, des exemples de secteur du BTP potentiellement concernés par la problématique des fragments de clivage ont été cités. Le paragraphe suivant a été ajouté : « <i>Cela peut concerner par exemple les secteurs ou travaux suivants :</i> <ul style="list-style-type: none"> ▪ <i>Secteur de la construction de bâtiments résidentiels ou non résidentiels ou d'ouvrages de génie civil (chantiers de construction neuve, rénovations, réparations, extension et transformations par exemple). Secteur de la démolition de bâtiments résidentiels ou non résidentiels ou d'ouvrages de génie civil.</i> ▪ <i>Travaux d'installation électrique, plomberie etc.</i> ▪ <i>Travaux de finition ».</i>

Annexe 4 : Consultation internationale : questionnaire et retours des organismes sollicités⁴⁶

Pays (organismes)	1.1) <i>Definition and criteria</i> : Which definition is used in your country / your institution for the following terms : <u>Mineral fiber</u>
Finlande (FIOH)	A mineral fiber is a fiber formed of any mineral, where the length to diameter ratio of a particle is at least 3:1.
Australie (SWA)	There are no explicit definitions within the model WHS Regulations, the MFM, nor the Australian Standard AS4964
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale) ⁴⁷	No definition
Italie (ARPA)	It's an elongated object characterized by Length/Diameter >3 and by inorganic chemical composition
Italie (Inail)	Every particle with L > 5µm, D < 3 5µm and aspect ratio greater than 3 is defined as "fiber" in our country. Mineral ones have non-amorphous structure. These definitions are not available in governmental laws.
Canada (INSPQ)	Non renseigné
USA (NIOSH / NIEHS)	See NIOSH 2011
USA (Cal EPA)	"Mineral fibers (fine mineral fibers which are man-made, and are airborne particles of a respirable size greater than 5 microns in length, less than or equal to 3.5 microns in diameter, with a length to diameter ratio of 3:1) including but not limited to: ceramic fibers, glasswool fibers, rockwool, slagwool." "Mineral fibers (other than man-made) including but not limited to: asbestos, erionite, talc containing asbestiform fibers."
Royaume-Uni (HSE)	We do not have a definition.
USA (MSHA)	A particle longer than 5 micrometers (µm) with a length-to-diameter ratio of at least 3 to 1

⁴⁶ Les informations recueillies lors de la consultation internationale sont retranscrites telles quelles.

⁴⁷ Division du contrôle des risques chimiques, Direction du laboratoire de toxicologie industrielle

1.2) Definition and criteria : Which definition is used in your country / your institution for the following terms : <u>Asbestos (bulk and airborne fibers)</u>	
Finlande (FIOH)	<p>The term asbestos refers to fibrous silicate minerals mentioned in the Finnish government degree 1380/1994:</p> <ul style="list-style-type: none"> - actinolite CAS No 77536-66-4 - amosite CAS No 12172-73-5 - anthophyllite CAS No 77536-67-5 - chrysotile CAS No 12001-29-5 - crocidolite CAS No 12001-28-4 - tremolite CAS No 77536-68-6. <p>A particle is considered to be fibrous if it has a length to diameter ratio of at least 3:1 (gov. degree 1380/1994).</p>
Australie (SWA)	<p>1. The <u>Australian model Work Health and Safety Regulations</u> 4 November 2011 – Revised as at 9 January 2014 contains the following definitions:</p> <p>Asbestos means the asbestiform varieties of mineral silicates belonging to the serpentine or amphibole groups of rock forming minerals including actinolite asbestos, grunerite (or amosite) asbestos (brown), anthophyllite asbestos, chrysotile asbestos (white), crocidolite asbestos (blue), tremolite asbestos and a mixture that contains 1 or more of the minerals referred to.</p> <p>Asbestos containing material (ACM) means any material or thing that, as part of its design, contains asbestos</p> <p>Asbestos-contaminated dust or debris (ACD) means dust or debris that has settled within a workplace and is, or is assumed to be, contaminated with asbestos</p> <p>Naturally occurring asbestos means the natural geological occurrence of asbestos minerals found in association with geological deposits including rock, sediment or soil</p> <p>Respirable asbestos fibre means an asbestos fibre that is less than 3 micrometres wide, and more than 5 micrometres long; and has a length to width ratio of more than 3:1.</p> <p>2. The model Work Health and Safety (WHS) Regulations refer to the use of the membrane filter method described in the <u>Guidance Note on the Membrane Filter Method for Estimating Airborne Asbestos Fibres [NOHSC:3003 (2005)]</u> (MFM) for air monitoring which contains the following definitions:</p> <p>Airborne Asbestos Fibres means any fibres of asbestos small enough to be made airborne. For the purposes of monitoring airborne asbestos fibres, only those fibres less than 3 micrometres in width, greater than 5 micrometres long and greater than 3 to 1 length to width ratio are counted.</p> <p>Countable Fibre means any object having a maximum width less than 3 micrometres, a length greater than 5 micrometres and a length/width ratio greater than 3:1; and which does not appear to touch any particle with a maximum width (<i>i.e.</i> the smaller of the two dimensions) greater than 3 micrometres.</p> <p>3. <u>Australian Standard AS4964:2004</u> – includes definitions for -</p> <p>Asbestos - a group of silicate minerals belonging to the serpentine and amphibole mineral groups which have crystallized in the asbestiform habit, causing them to be easily separated into long, thin, flexible, strong fibres when crushed or processed.</p> <p>The Chemical Abstracts Service Registry Numbers of the most common asbestos varieties are:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Chrysotile (CAS No 12001-29-5) - Crocidolite (CAS No 12001-28-4) - Grunerite asbestos (amosite) (CAS No 12172-73-5)

	<ul style="list-style-type: none"> - Anthophyllite asbestos (CAS No 77536-67-5) - Tremolite asbestos (CAS No 77536-68-6) - Actinolite asbestos (CAS No 77536-66-4) <p>Morphological features of observed asbestos fibres are:</p> <p>(a) Many particles with aspect ratios (<i>i.e.</i> length to width ratios) ranging from 20:1 to 100:1 or higher for particles >5 micrometres in length. Bundles of fibres may have lower aspect ratios.</p> <p>(b) Sets of fibre bundles generally less than 0.5, but always less than 1.0 micrometres in width, unless in thick bundles.</p> <p>(c) In addition to the mandatory fibrillar crystal growth, one or more, and preferably three of the following aspects:</p> <ul style="list-style-type: none"> (i) Parallel fibres occurring in bundles. (ii) Fibre bundles displaying splayed ends. (iii) Matted masses of individual fibres. <p>Fibres showing characteristic curvature.</p>
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	Fibre silicates chrysotile, amosite, crocidolite, anthophyllite, tremolite and actinolite
Italie (ARPA)	Each fibrous mineral indicated by the Chemical Abstract Service (CAS) Number (see also EU Directive 2003/18/EC).
Italie (Inail)	We define as “asbestos” the six minerals according to EC 83/447 (chrysotile, amosite, crocidolite, actinolite, anthophyllite and tremolite)
Canada (INSPQ)	<p>Éditeur officiel du Québec. Chapitre S-2.1, r. 13. Règlement sur la santé et la sécurité du travail. Loi sur la santé et la sécurité du travail (chapitre S-2.1, a. 223). Section 1 Interprétation et champ d'application.</p> <p>1. Définitions: Dans le présent règlement, on entend par: «fibre respirable d'amiante»: toute fibre d'amiante dont le diamètre est inférieur à 3 µm et le rapport longueur-diamètre supérieur à 3:1; seules les fibres d'une longueur supérieure à 5 µm seront prises en compte à des fins de mesure.</p> <p>Chapitre S-2.1, r. 7. Règlement sur les examens de santé pulmonaire des travailleurs des mines. Loi sur la santé et la sécurité du travail (chapitre S-2.1, a. 223). Chapitre I. Définitions et champ d'application :</p> <p>1. Dans le présent règlement, on entend par: «amiante»: la forme fibreuse des silicates minéraux appartenant aux roches métamorphiques du groupe des serpentines, c'est-à-dire le chrysotile, et du groupe des amphiboles, c'est-à-dire l'actinolite, l'amosite, l'anthophyllite, le crocidolite, le trémolite, ou tout mélange contenant un ou plusieurs de ces minéraux.</p>
USA (NIOSH / NIEHS)	See NIOSH 2011
USA (Cal EPA)	Mineral Asbestos (bulk asbestos and airborne fibers) – http://www.arb.ca.gov/regact/lead/finreg.pdf Title 17, California Code of Regulations, Section 93000. Substances Identified as Toxic Air Contaminants – “Asbestos [asbestiform varieties

Royaume-Uni (HSE)	<p>of serpentine (chrysotile), riebeckite (crocidolite), cummingtonite-grunerite (amosite), tremolite, actinolite, and anthophyllite].”</p> <p><u>Managing and working with asbestos, Control of Asbestos Regulations 2012, Approved Code of Practice and Guidance (HSE book, ISBN 978-0-7176-6618-8):</u></p> <p>‘Asbestos’ is the general term used for the fibrous silicates listed in regulation 2(1). Any mixture containing one or more of these fibrous silicates at more than trace amounts as defined in Asbestos: The analysts’ guide for sampling, analysis and clearance procedure (The analyst guide) is within the definition. For any work covered by the Regulations, ‘asbestos’ also includes asbestos-containing materials (ACMs), containing any of these fibrous silicates or mixture of them. Three main types of asbestos were commonly used:</p> <ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> crocidolite (commonly known as blue asbestos); <input type="checkbox"/> amosite (commonly known as brown asbestos); <input type="checkbox"/> chrysotile (commonly known as white asbestos). <p>“asbestos” means the following fibrous silicates (Regulation 2 (1)):</p> <ol style="list-style-type: none"> a) asbestos actinolite, CAS No 77536-66-4 b) asbestos grunerite (amosite), CAS No 12172-73-5 c) asbestos anthophyllite, CAS No 77536-67-5 d) chrysotile, CAS No 12001-29-5 or CAS No 132207-32-0 e) crocidolite, CAS No 12001-28-4 and f) asbestos tremolite, CAS No 77536-68-6, <p><u>Asbestos: The analysts’ guide for sampling, analysis and clearance procedure (ISBN 0-7176-2875-2):</u> Although the method in Appendix 2 does not quantify the amount of asbestos present, it is recommended that ‘asbestos not detected’ is reported when no asbestos fibre is found after careful searching of the sample under the stereo microscope for 10 minutes and searching a minimum of two preparation in suitable RI liquid at high magnification by polarized light microscopy / phase contrast microscopy for a further 5 minutes. If during the search only 1 or 2 fibres are seen and identified as asbestos the term ‘trace asbestos identified’.</p>
USA (MSHA)	<p>Generic term for a number of asbestiform hydrated silicates that, when crushed or processed, separate into flexible fibers made up of fibrils. Asbestos means chrysotile, cummingtonite-grunerite asbestos (amosite), crocidolite, anthophyllite asbestos, tremolite asbestos, and actinolite asbestos.</p>

1.3) Definition and criteria : Which definition is used in your country / your institution for the following terms : <u>Asbestiform mineral</u>	
Finlande (FIOH)	Mineral that occurs as fibers in bedrock or soil
Australie (SWA)	There are no explicit definitions within the model WHS Regulations, the MFM, nor the Australian Standard AS4964
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No definitions
Italie (ARPA)	Each mineral characterized by morphological features of Asbestos.
Italie (Inail)	Every fiber with the correct aspect ratio is classified as "asbestiform", non-depending on composition.
Canada (INSPQ)	Non renseignés
USA (NIOSH / NIEHS)	See NIOSH 2011
USA (Cal EPA)	No California regulatory definition.
Royaume-Uni (HSE)	<p>Under a light microscope, the asbestiform habit is generally recognized by the following characteristics:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ a range of aspect ratios ranging from 20:1 to 100:1 or higher for fibres longer than 5 µm.; ▪ capability of splitting into very thin fibrils; ▪ two or more of the following: <ul style="list-style-type: none"> ○ parallel fibres occurring in bundles; ○ fibre bundles displaying frayed ends; ○ fibres in the form of thin needles; ○ matted masses of individual fibres; ○ and/or fibres showing curvature.
USA (MSHA)	Non renseignés

1.4) Definition and criteria : Which definition is used in your country / your institution for the following terms : <u>Non-asbestiform mineral</u>	
Finlande (FIOH)	Mineral that doesn't occur as fibers in bedrock or soil
Australie (SWA)	There are no explicit definitions within the model WHS Regulations, the MFM, nor the Australian Standard AS4964
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No definitions
Italie (ARPA)	Each mineral not included in point 3) e.g. prismatic or lamellar habit.
Italie (Inail)	Mineral that can't generate asbestiform fibers.
Canada (INSPQ)	Non renseignés
USA (NIOSH / NIEHS)	See NIOSH 2011
USA (Cal EPA)	No California regulatory definition.
Royaume-Uni (HSE)	Definition that does not fulfill the asbestiform definition.
USA (MSHA)	Non renseignés

1.5) Definition and criteria : Which definition is used in your country / your institution for the following terms : <u>Cleavage fragment</u>	
Finlande (FIOH)	A fragment broken off from a mineral that exhibits cleavage.
Australie (SWA)	There are no explicit definitions within the model WHS Regulations, the MFM, nor the Australian Standard AS4964
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No definitions
Italie (ARPA)	Each fragment of a generic mineral.
Italie (Inail)	We use this term for fragment of asbestos polymorphes with the right aspect ratio mentioned above.
Canada (INSPQ)	Non renseignés
USA (NIOSH / NIEHS)	See NIOSH 2011
USA (Cal EPA)	No California regulatory definition.
Royaume-Uni (HSE)	Amphibole minerals are often coarse with prismatic or lath-like crystals which tend to break along two sets (at 60° to each other) of parallel planes of weakness within the atomic lattice known as cleavage planes. As a result the dust produced tends to contain a number of elongated fragments having sizes, within the definition of a regulated fibre (longer than 5 µm, diameter less than 3 µm and aspect ratio >3:1, as used for fibre counting). These elongated fragments have important properties which distinguish them from asbestos.
USA (MSHA)	Non renseignés

What is the legislation on asbestos and other elongated mineral particles in mining and quarrying environment and road maintenance service? Are cleavage fragments that encompass the definition of fibers (i.e. aspect ratio of 3:1 or greater and a length greater than 5 µm) considered in these legislations?	
Finlande (FIOH)	Government degrees (1380/1994, 863/2010) apply to all work where exposure to asbestos may occur. No legislation exists especially for mining and quarrying environment and road maintenance service.
Australie (SWA)	<p>Work health and safety in the mining industry is regulated by states and territories.</p> <p>Queensland and Western Australia have separate mining work health and safety regulations and we are unable to provide commentary on those laws.</p> <p>Regulations for mining are covered under the general work health and safety regulations in the other jurisdictions with smaller mining industries.</p> <p>The model <u>Work Health and Safety Act</u> and the <u>model Work Health and Safety Regulations</u> as adopted by the Australian Capital Territory, the Commonwealth, New South Wales, the Northern Territory, Tasmania and South Australia apply to mining in those jurisdictions.</p> <p>The MFM provides guidance on the treatment of cleavage fragments as detailed in Question 6 below to address this issue.</p>
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	Prohibition on the use of asbestos (By Royal Decree of 16 th March 2006 Subsection IV). TLV is 0,1 fibers/cm ³ , calculated as time weighted average. The analytical method used for counting of asbestos fibers in air counts every fiber that has an aspect ratio of 3:1 and a length greater than 5µm and a width smaller than 3 µm. So if cleavage fragments follow these dimensions they are considered as fibers.
Italie (ARPA)	DLgs 81/08 (Tit. IX Capo III) rules working environments. The DM 6/9/94 describes areas subjected to remediations while the DM 14/5/96 describes specific situations like quarries , contaminated sites, water pipelines etc. The above rule do not consider the cleavage fragments. Only Asbestos is considered.
Italie (Inail)	Our regulations suggest to consider as "asbestos" every particle with the asbestos aspect ratio. It's an old statement, we discriminate through different species (using SEM microscopy, e.g.). There aren't specific regulations on cleavage particles.
Canada (INSPQ)	<p>Chapitre S-2.1, r. 13. Règlement sur la santé et la sécurité du travail. Loi sur la santé et la sécurité du travail (chapitre S-2.1, a. 223). http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=3&file=/S_2_1/S2_1R13.HTM.</p> <p>Chapitre S-2.1, r. 7. Règlement sur les examens de santé pulmonaire des travailleurs des mines. Loi sur la santé et la sécurité du travail (chapitre S-2.1, a. 223). http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=3&file=/S_2_1/S2_1R7.HTM</p> <p>Chapitre S-2.1. Loi sur la santé et la sécurité du travail. http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=/S_2_1/S2_1.html.</p>
USA	Under U.S. law, several US. Agencies have responsibilities for setting and enforcing regulations limiting exposure to asbestos in

(NIOSH / NIEHS)	these settings. These include the Mine Safety and Health Administration (MSHA), and the Occupational Safety and Health Administration (OSHA), which primarily focus on protecting workers; and the Environmental Protection Agency (EPA), which primarily focuses on protecting the general public. We defer to these Agencies to provide their own detailed answers to this question. However, a general answer to the question is that OSHA and MSHA have not considered cleavage fragments of amphibole or serpentine minerals in massive crystalline habit as asbestos, while EPA has included them in asbestos fiber counts (Harper et al 2012). The EPA position is consistent with the NIOSH definition of asbestos provided in its document <i>Asbestos Fibers and other Elongate Mineral Particles: State of the Science and Roadmap for Research</i> (NIOSH 2011).
USA (Cal EPA)	Asbestos Airborne Toxic Control Measure (ATCM) for Surfacing Applications. http://www.arb.ca.gov/toxics/atcm/asbeatcm.htm Asbestos ATCM for Construction, Grading, Quarrying, and Surface Mining Operations. http://www.arb.ca.gov/toxics/atcm/asb2atcm.htm AB 2588 Air Toxics "Hot Spots" Program as may be applicable. Districts have toxics permitting and AB2588 requirements that must be considered when assessing new projects, modification, or expansion of a project or operation. http://www.arb.ca.gov/ab2588/ab2588.htm Are cleavage fragments considered in these legislaions : N/A
Royaume-Uni (HSE)	The mining and quarrying environment and road maintenance service would be covered by the Control of Asbestos Regulations. In the UK, routine air sample analysis for asbestos fibres is carried out by phase contrast microscopy (PCM). The PCM method does not discriminate between asbestos fibres and cleavage fragments. Any countable fibres would be counted. PCM countable fibres are defined as particles with length > 5 µm, width < 3 µm and aspect (length:width) > 3:1. Fibres having widths < 0.2 µm may not be visible using the PCM method.
USA (MSHA)	MSHA's health standards for asbestos exposure at metal and nonmetal mines, surface coal mines, and surface areas of underground coal mines are in title code of federal regulations (CFR) sections 56/57.5001,71.701 and 71.702. Cleavage fragments are not included in MSHA's health standards.

Are there on-going studies on occupational exposures to non-asbestiform amphiboles (e.g. actinolite, anthophyllite, tremolite, grunerite, riebeckite)?	
Finlande (FIOH)	No
Australie (SWA)	Safe Work Australia is not currently undertaking any studies occupational exposure to non-asbestiform amphiboles.
Belgique(Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No
Italie (ARPA)	No about non-asbestiform amphiboles, but some researches were carried out on Fluoro-edenite found in Biancavilla (Sicily) (e.g. Travaglione et al. (2006) Toxicology in Vitro and Ref.therein. and Andreozzi et al (2009) Am. Min. and Ref.therein.
Italie (Inail)	I Think no. Maybe someone is carryng similar study on the Basilicata area (area with natural tremolite findings and mesothelioma related cases)
Canada (INSPQ)	Cf. IRSST
USA (NIOSH / NIEHS)	In May, 2014, NIOSH awarded an extramural grant to study relationships between types of elongate mineral particles (EMP) and various health outcomes in a cohort of Minnesota taconite miners and processors (http://projectreporter.nih.gov/project_info_description.cfm?aid=8628238&icde=24345613). Results of the work are not available yet. The miners were exposed to a mixture of asbestiform and non-asbestiform EMP. The project will run through 2017. Another example of a site where there has been recent work relevant to potential occupational exposures to mixed populations of EMP, including asbestiform and non-asbestiform EMP, has been in the vicinity of Boulder City, NV, USA, where highway work will be occurring in an area where high levels of naturally-occurring asbestos are found (https://www.nevadadot.com/uploadedFiles/NDOT/Micro-Sites/BoulderCityBypass/NOS/Final_NDOT_Phase_I_Report-10-6-14.pdf).
USA (Cal EPA)	Not available
Royaume-Uni (HSE)	We are not aware of on-going studies on occupational exposures to non-asbestiform amphiboles.
USA (MSHA)	MSHA does not conduct research regarding exposures to non-asbestiform amphiboles

What are the sampling and analytical methods used to assess the presence of asbestos or other fibers in bulk material and air?	
Finlande (FIOH)	<p><u>Bulk material samples</u></p> <p>A sample is most commonly drilling mud, occasionally it is just a piece of rock.</p> <p>A representative part of a sample is ball milled (if coarse grained) and sedimented. The remaining 20 µm fraction is collected on a filter under suction and the filter weighed. The asbestos fiber content of the filter is determined by a scanning electron microscope equipped with an energy dispersive spectrometer (EDS) applying the standard SFS 3868. According to the standard the fiber count contains all fibers at least 5 µm in length, with a diameter no more than 3 µm and with a length to diameter ratio of at least 3:1.</p> <p>The results are semi-quantitative and are given as weight percent. If the sample contains asbestos fibers, the asbestos mineral in question is stated.</p> <p><u>Air samples</u></p> <p>Airborne dust is collected on a polycarbonate membrane filter.</p> <p>The asbestos fiber content of the filter is determined by a scanning electron microscope equipped with an energy dispersive spectrometer (EDS) applying the standard SFS 3868. According to the standard the fiber count contains all fibers at least 5 µm in length, with a diameter no more than 3 µm and with a length to diameter ratio of at least 3:1.</p> <p>The results are given as number of asbestos fibers in a cubic centimeter of air. If the sample contains asbestos fibers, the asbestos mineral in question is stated. The results also include the number of amphibole fibers that have a chemical composition so close to asbestos minerals that they may be assumed to have similar health effects.</p>
Australie (SWA)	<p>Asbestos in Air</p> <p>Under the model WHS Regulations Airborne respirable fibre concentrations are measured using the Guidance Note on the Membrane Filter Method for Estimating Airborne Asbestos Fibres [NOHSC: 3003 (2005)].</p> <p>Bulk materials</p> <p>In the case of asbestos in bulk materials, including ACM under the model Work Health and Safety Regulations a person with management or control of a workplace may identify asbestos or ACM by arranging for a sample of material at the workplace to be analysed for the presence of asbestos or ACM. A sample must only be analysed by:</p> <ul style="list-style-type: none"> • a NATA-accredited laboratory accredited for the relevant test method • a laboratory approved by the regulator, or • a laboratory operated by the regulator. <p>NATA-accredited laboratory means a testing laboratory accredited by the National Association of Testing Authorities (NATA), Australia, or recognised by NATA either solely or with someone else.</p> <p>Anecdotally it is understood that AS4964:2004 is the most widely used method for analysis of bulk samples.</p> <p>However model WHS Regulations only require laboratory level accreditation or certification for the analysis of asbestos in bulk samples (except for in soils), and as such is no mandated, standard analytical method or sampling methodology in place. All methods in use though must be validated according to the requirements of the certifying bodies.</p> <p>In the case of analysis of asbestos in soils, the use of Australian Standard AS4964:2004 is mandatory.</p> <p>AS4964 relies primarily on gravimetric methods and polarising light microscopy (PLM).</p>

	Scanning or transmission electron microscopy (SEM or TEM), X-ray diffractometry (XRD) are also used in specific cases
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	Bulk: PLM with dispersion staining. Air: NBN T96-102 or an equivalent method that gives comparable results.
Italie (ARPA)	Analytical Methods are described in D.M. 6/9/94 for bulk material and for airborne fibers
Italie (Inail)	We apply a decree dated 1994. In bulk materials we use DRX, FTIR, SEM or Optical microscopy. We don't use TEM. We determinate asbestos in air by PCOM or SEM. According to the low concentrations range, we use more and more SEM instead of PCOM.
Canada (INSPQ)	Cf. IRSST
USA (NIOSH / NIEHS)	<p>We use the methods in the NIOSH Manual of Analytical Methods [(NMAM); http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/]. Typically, for occupational airborne exposures, we use NIOSH Method 7400 [phase-contrast microscopy (PCM); http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7400.pdf]. Recent work (Lee et al 2015) has confirmed that little difference is observed between PCM and electron microscopy for amphibole asbestos, and also for field samples of chrysotile. However, for a specific occupation (forest workers) in the outdoor environment we used a modification of NIOSH 7402 (http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7402.pdf) because of extreme interference from organic fibers (Harper et al 2014). NIOSH 9002 (http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/9002.pdf), designed for use with NIOSH Methods 7400 and 7402, is used for bulk materials. However, NIOSH does not analyze much bulk material.</p> <p>Activity-based-sampling [ABS] provides the US Environmental Protection Agency (EPA) with a method to assess human exposures to asbestos and other mineral fibers potentially aerosolized from the environment by a variety of activities. Personal breathing zone air samples are collected on 25 mm filter cassettes, the filters are mounted on transmission electron microscope [TEM] grids and subjected to TEM analysis for structures using ISO 10312 methodology. Fibrous structures are counted and recorded on electronic spreadsheets which capture fiber dimensions [e.g., width and aspect ratio], presence of complex structures [prismatic structures, bundles, and matrices], and mineralogy [based on selected area electron diffraction (SAED) and energy dispersion spectroscopy (EDS)]. A sub class of structures defined as phase contrast microscopy equivalent [PCME] (ISO 10312 subpart E) are used to quantitate human exposures that are used in risk assessment to predict theoretical excess cancer risk and hazard [EPA. 2008]. ISO 10312 defines a fiber as an elongated particle with parallel or stepped sides, an aspect ratio of 5:1, and a minimum length of 0.5 µm, and further defines a PCM-equivalent fiber (PCMe) as having an aspect ratio greater than or equal to 3:1, longer than 5 µm, and a diameter between 0.2 µm and 3.0 µm. The counting rules require both types of fiber to be reported [EPA 2014].</p> <p>The fluidized bed asbestos segregator [FBAS] is a newly developed soil preparation method used by the EPA to identify fibers that can potentially be aerosolized from soil [Januch et al., 2013]. The method uses centrifugal particle separation combined with air elutriation to separate fibers from soil and collect the particles on methyl cellulose ester (MCE) filters for analysis by phase contrast microscopy [PCM] or transmission electron microscopy [TEM]. The method uses small sample sizes [up to 5 grams of soil], sand as a fluidizing catalyst, and a through-put up to 25 samples per day. The FBAS unit provides detection level to 0.001 % by weight and</p>

	the results are provided in structures per gram of soil. The method is highly reproducible and is 100 to a 1000 times more sensitive than polarized light microscopy (PLM) analysis for bulk soils.
USA (Cal EPA)	The most common asbestos analytical test for bulk samples is California Air Resources Board Test Method 435 which uses random bulk sampling. http://www.arb.ca.gov/testmeth/vol3/M_435.pdf
Royaume-Uni (HSE)	The routine method for the analysis of asbestos fibres in bulk material is polarized light microscopy (PLM) and for the analysis of asbestos fibres in air is phase contrast microscopy (PCM).
USA (MSHA)	MSHA's health standards require measurement of airborne fiber concentration over time. Potential asbestos fiber concentration is determined by phase contrast microscopy (PCM) using the Occupational Safety and Health Administration (OSHA) Reference Method in OSHA's asbestos standard found in 29 CFR 1910.1001, Appendix A, or a method at least equivalent to that method in identifying a potential asbestos exposure exceeding the 0,1 fiber per cubic centimeter (f/cc) full-shift limit or the 1f/cc excursion limit. When PCM results indicate a potential exposure exceeding the 0,1 f/cc full shift limit or the 1f/cc excursion limit, samples are further analysed using transmission electron microscopy according to the National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH) Method 7402, or a method at least equivalent to that method.

Are there parameters to be taken into account to differentiate asbestos fibers from cleavage fragments (for example, greater aspect ratio (greater than 10:1 or 20:1) or large widths (larger than 0.5 µm or 1 µm))?	
Finlande (FIOH)	No
Australie (SWA)	<p>The MFM contains the following guidance in relation to cleavage fragments:</p> <p><i>“Airborne fibres found in the mining industry pose a special problem because many countable fibres found in mines are cleavage fragments that fit the geometric criteria set by the Membrane Filter Method for Estimating Airborne Asbestos Fibres.</i></p> <p><i>These cleavage fragments, also described as acicular particles do not contain asbestos fibrils, and do not lead to asbestos related disease. Various attempts have been made to cater for this difficulty, including changing the length to width ratio from the present definition of 3 to 1, up to as high as 20 to 1, and/or reducing the maximum fibre width definition. With any of these approaches, the airborne asbestos fibre concentration can no longer be compared to the exposure standard.</i></p> <p><i>The membrane filter method does not address this problem, because of the fundamental need to characterise the fibres on a mine by mine basis by more sophisticated methods such as electron microscopy techniques.”</i></p>
Belgique(Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No
Italie (ARPA)	<p>There are not specific rules about this topic.</p> <p>ARPA Reggio Emilia Asbestos Laboratory utilizes an internal criteria which defines as Asbestos every fibrous mineral characterized by the chemical composition of Asbestos and by Diameter < 1 µm by SEM.</p>
Italie (Inail)	No we haven't (perhaps we have several quarries and greenstone laboratories with chrysotile cleavage)
Canada (INSPQ)	Cf. IRSST
USA (NIOSH / NIEHS)	<p>See attached: <i>An Inter-Laboratory Study to Determine the Effectiveness of Procedures for Discriminating Amphibole Asbestos Fibers from Amphibole Cleavage Fragments in Fiber Counting by Phase-Contrast Microscopy.</i> (Harper et al 2012). The information from this paper that a width criterion may be useful for determining if follow-up evaluation of PCM counts is warranted has been used to update ASTM International Standard 7200-12 (12 refers to 2012 revision) <i>Standard Practice for Sampling and Counting Airborne Fibers, Including Asbestos Fibers, in Mines and Quarries, by Phase Contrast Microscopy and Transmission Electron Microscopy</i> (http://astm.nfu.eu/std/ASTM+D7200+--+12). While the procedure described by Harper et al has not been tested on chrysotile-serpentine cleavage fragments, a similar outcome would be expected.</p>
USA (Cal EPA)	See definitions above.

Royaume-Uni (HSE)	<p><u>In Asbestos: The analysts' guide for sampling, analysis and clearance procedure (Appendix 2: Asbestos in bulk materials: identification by PLM):</u></p> <p>In some circumstances, the analyst may need to identify elongated particles and decide whether they are mineral fragments or asbestos fibres. All of the non-asbestos amphibole minerals, including non-fibrous forms of amphibole minerals, including non-fibrous forms of anthophyllite, tremolite and actinolite, have three vibration planes and three different RIs. Anthophyllite is orthorhombic and hence exhibits parallel extinction. The other relevant amphiboles are monoclinic and (depending on crystal orientation) this can result in extinction occurring when the elongated crystal axis forms an angle up to 200 with the vibration directions of the crossed polars. If a crystal exhibiting maximum extinction angle is reoriented about its long axis, it will show parallel extinction.</p> <p>Asbestos fibres are mineralogically anomalous in effectively showing only two RI vibration planes and consistent parallel extinction. This is because even thin fibres that can be viewed in the polarized light microscope consist of bundles of polyfilamentous crystals with each crystallite randomly oriented along the length of the bundle. The difference between the extinction characteristics, together with the fibrous morphology described in paragraph A2.28, is used as the basis of the polarized light microscopy for discrimination between asbestos and amphibole mineral fragments.</p> <p>Paragraph A2.28: Under a light microscope, the asbestiform habit is generally recognized by the following characteristics:</p> <ul style="list-style-type: none"> - a range of aspect ratios ranging from 20:1 to 100:1 or higher for fibres longer than 5 µm.; - capability of splitting into very thin fibrils; - two or more of the following: <ul style="list-style-type: none"> - parallel fibres occurring in bundles; - fibre bundles displaying frayed ends; - fibres in the form of thin needles; - matted masses of individual fibres; and/or - fibres showing curvature.
USA (MSHA)	Non renseigné

Are there practical analytical methods to differentiate asbestiform fibers from cleavage fragments?	
Finlande (FIOH)	No.
Australie (SWA)	See response provided for Question 5.
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No
Italie (ARPA)	See above
Italie (Inail)	No we haven't
Canada (INSPQ)	Cf. IRSST
USA (NIOSH / NIEHS)	Same answer as above.
USA (Cal EPA)	Not available
Royaume-Uni (HSE)	See question above
USA (MSHA)	Non renseigné

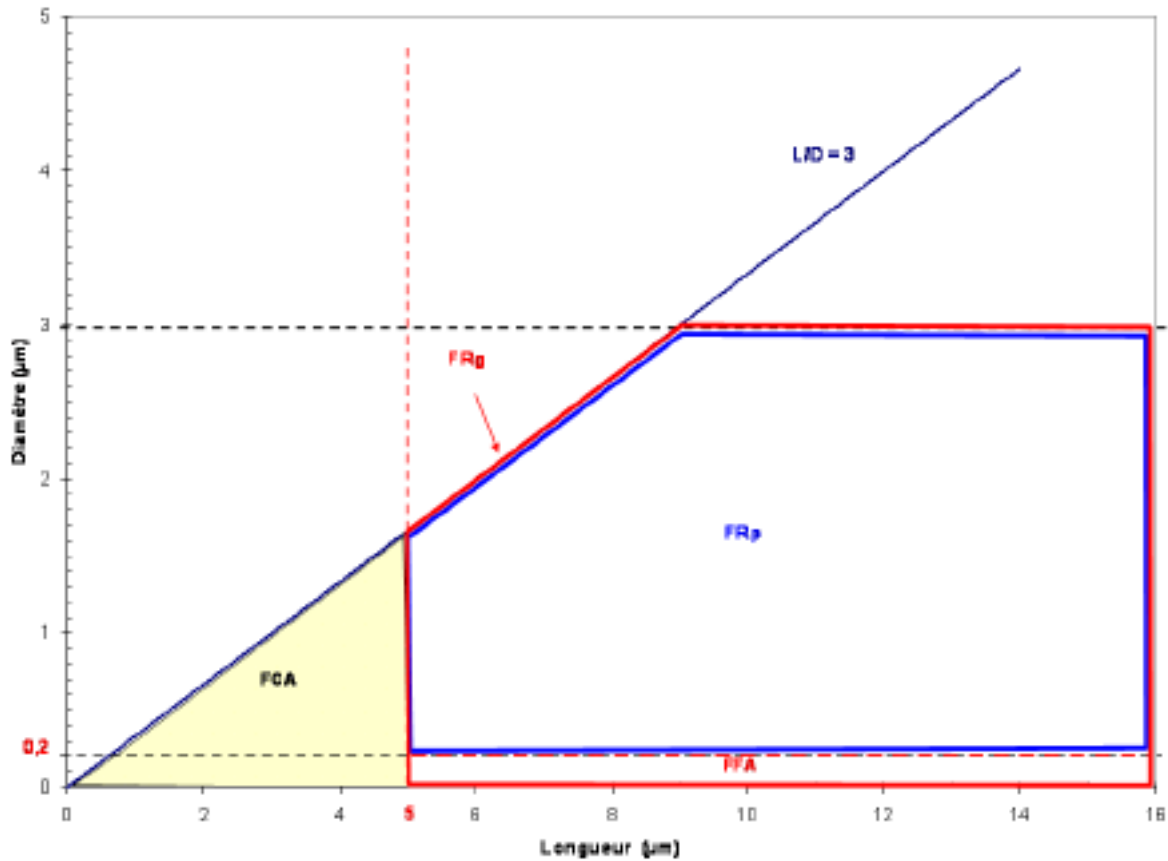
Is there a limit on asbestos mass fraction to declare a material as “asbestos-containing materials”?	
Finlande (FIOH)	Usually a building material containing at least 1% of asbestos is declared to be an asbestos-containing material. There is no limit value for other material types, like rock, soil or waste materials.
Australie (SWA)	No not for asbestos containing materials in general, see definition of asbestos containing material I Question 1. Under the model WHS Regulations work involving asbestos-contaminated soil is not prohibited as long as a competent person has determined the soil does not contain any visible ACM or friable asbestos. If friable asbestos is visible, it should not contain more than trace levels of asbestos determined in accordance with Australian Standard <i>AS4964:2004 Method for the qualitative identification of asbestos in bulk samples</i> .
Belgique(Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No, when during an analyses a fiber is identified as asbestos the material is considered to be asbestos-containing material.
Italie (ARPA)	No, the italian rules do not indicate it. The reference are the quantification limits of analytical methods, e.g. SEM= 100 ppm in DM 6/9/94
Italie (Inail)	We define as “asbestos containing material” every material with 1% p/p or more of asbestos.
Canada (INSPQ)	Non renseigné
USA (NIOSH / NIEHS)	In the USA, there remains considerable debate over the definition of “asbestos-containing materials” and how to measure it. This is in part because the most important issue relating to health is the potential for generating aerosols of inhalable asbestos fibers, not the asbestos mass fraction in bulk material. This was the motivation for developing the previously-described FBAS method [Januch et al, 2013]. That said, the NIOSH 9002 bulk method has a range from 1% up and refers to the current EPA limit of 1% (http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/9002.pdf).
USA (Cal EPA)	Not available
Royaume-Uni (HSE)	An asbestos-containing material is material containing more than ‘trace asbestos’ (see above question, asbestos definition).
USA (MSHA)	Non renseigné

Are there any on-going epidemiological studies dealing with cleavage fragments exposure?	
Finlande (FIOH)	No.
Australie (SWA)	Safe Work Australia is not currently undertaking any epidemiological studies dealing with cleavage fragments exposure.
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No
Italie (ARPA)	See above about Fluoro-edenite
Italie (Inail)	Not in my institute (INAIL).
Canada (INSPQ)	Cf. IRSST
USA (NIOSH / NIEHS)	<p>In May, 2014, NIOSH awarded an extramural grant to study relationships between types of elongate mineral particles (EMP) and various health outcomes in a cohort of Minnesota taconite miners and processors (http://projectreporter.nih.gov/project_info_description.cfm?aid=8628238&icde=24345613). This follows up on a recent study funded by the Minnesota legislature and completed by researchers at the University of Minnesota (http://taconiteworkers.umn.edu/news/documents/Taconite_FinalReport_120114.pdf). The project will run through 2017.</p> <p>You may also be interested in reviewing recent epidemiological work completed by Lockey et al [Lockey et al 2015]. This work was completed as a follow-up to previous work by these researchers on EMP known to have been derived from a vermiculite mine near Libby, MT. At one time, the mining company reported elongated minerals derived from the mining area as 'cleavage fragments'. However, there has been considerable scientific controversy regarding the mineralogy of this material and it actually contains a mixed population of EMP.</p>
USA (Cal EPA)	Not available
Royaume-Uni (HSE)	We are not aware of any on-going epidemiological studies dealing with cleavage fragments exposures.
USA (MSHA)	MSHA does not conduct research regarding the health effects of cleavage fragments

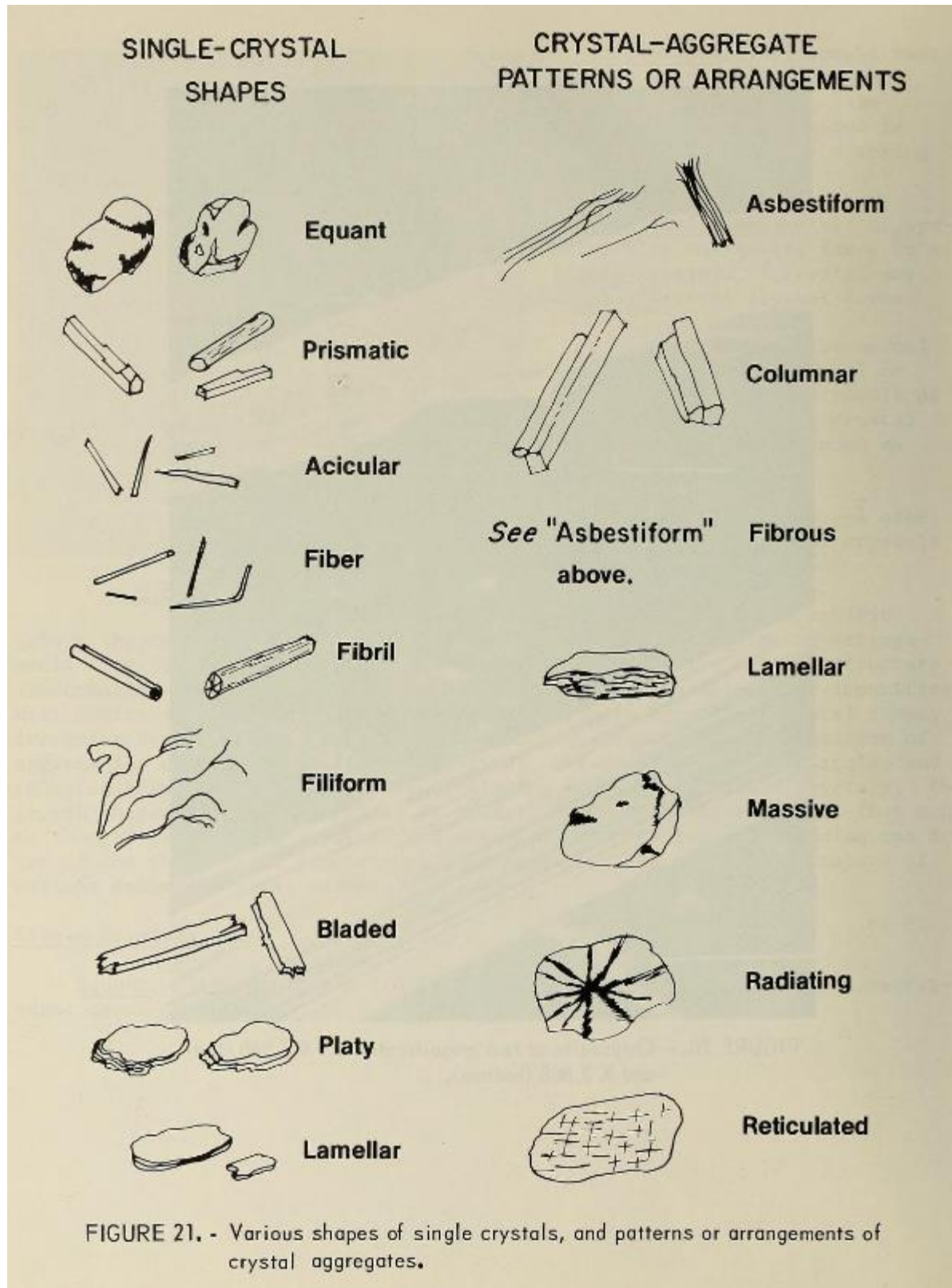
<i>Are there on-going in vivo or in vitro experimental studies dealing with cleavage fragments exposure?</i>	
Finlande (FIOH)	No
Australie (SWA)	Safe Work Australia is not currently undertaking any epidemiological studies dealing with cleavage fragments exposure.
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No
Italie (ARPA)	See above about Fluoro-edenite
Italie (Inail)	Not in my institute (INAIL).
Canada (INSPQ)	Cf. IRSST
USA (NIOSH / NIEHS)	<p>The National Institutes of Health, National Toxicology Program is proceeding with animal studies focused upon estimating the comparative toxicity of various EMP. Work is anticipated to include regulated asbestos fibers and cleavage fragments. NTP has previously provided information about planned studies (http://ntp.niehs.nih.gov/ntp/noms/final_resconcept/asbestosconcept_508.pdf). Some data has already been published (Kodavanti et al 2014; Cyphert et al 2012).</p> <p>A toxicological study based at NIOSH is currently in its planning stages. It is anticipated that the study will include non-asbestiform tremolite and riebeckite cleavage fragment preparations in addition to tremolite asbestos and crocidolite. It will not in the present form include non-asbestiform serpentine minerals, but may do so if additional resources become available. Results coming from this work are not anticipated to be available for at least several years.</p>
USA (Cal EPA)	Not available
Royaume-Uni (HSE)	We are not aware of any on-going in vivo or in vitro experimental studies dealing with cleavage fragments exposure.
USA (MSHA)	MSHA does not conduct research regarding the health effects of cleavage fragments

Are there on-going studies on manufactured nanoparticles that can give information on relation between fiber dimensions and characteristics and toxicity, in particular to clarify the issue of cleavage fragments?	
Finlande (FIOH)	No
Australie (SWA)	Safe Work Australia is not currently undertaking any epidemiological studies dealing with cleavage fragments exposure.
Belgique (Service Public Fédéral Emploi, Travail et Concertation Sociale)	No
Italie (ARPA)	Dr. Fubini B. (Centro Scansetti, Univ. of Turin) is involved in researches about this topic. See in particular Boudard et al (2014) Toxicology in Vitro and Ref. therein.
Italie (Inail)	Not in my institute (INAIL).
Canada (INSPQ)	Cf. IRSST
USA (NIOSH / NIEHS)	It is premature to speculate about how the findings from ongoing animal research studies with carbon nanotubes (CNT) might provide insight for addressing the toxicity of cleavage fragments. NIOSH recently published an evaluation of the potential health risks from exposure to CNT and nanofibers (CNF) [NIOSH 2013]. Although respiratory findings from animal inhalation and pharyngeal aspiration studies with CNT is suggestive of a relationship between dimensions and adverse lung effects, other physical and chemical characteristics (surface reactivity, metal contamination, surface modification) may have also contributed to the toxicity. The induction of mesothelioma associated with IP exposure to CNT is consistent with findings from other animal research studies in which exposure to high aspect ratio durable fibers (e.g., synthetic vitreous fibers, asbestos) caused malignant and nonmalignant respiratory disease. Based on animal study results, NIOSH acknowledged the need for additional research to: provide quantitative data on the biopersistence of different types of CNT in the lung and, address the key question as to the precise dimensions (and possibly other physical chemical characteristics) of CNT that pose a potential pathogenic risk for cancer and mesothelioma.
USA (Cal EPA)	Not available
Royaume-Uni (HSE)	We believe Birmingham, Plymouth and Edinburgh Universities are potentially carrying out studies manufactured nanofibers (e.g. metal nanowires).
USA (MSHA)	MSHA does not conduct research regarding the health effects of cleavage fragments

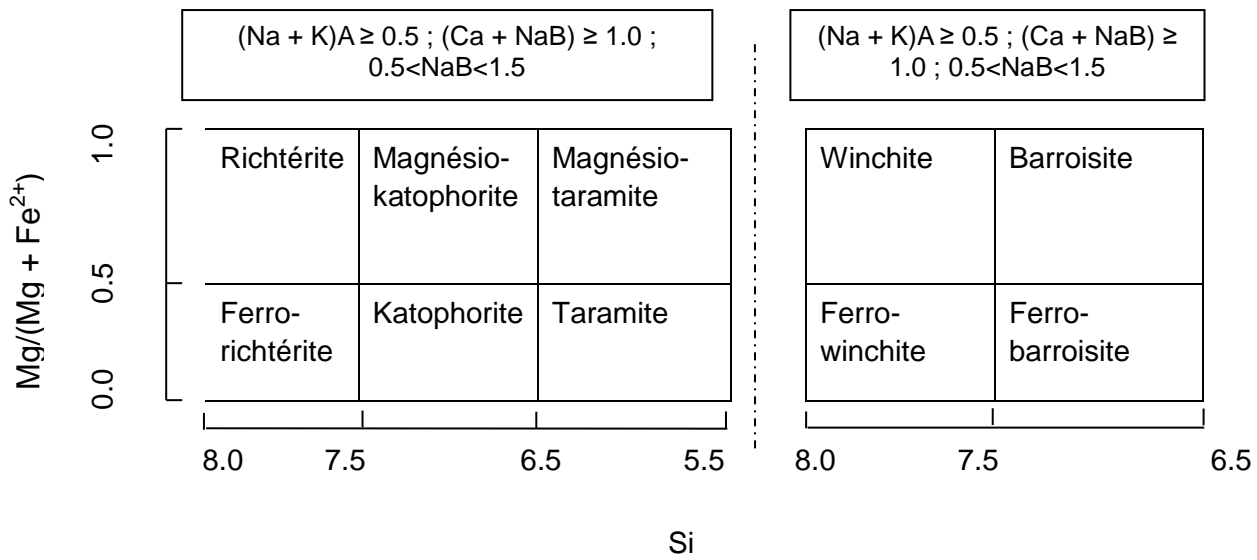
Annexe 5 : Représentation des types de fibres d'amiante selon leurs caractéristiques dimensionnelles (d'après Afsset, 2009a).



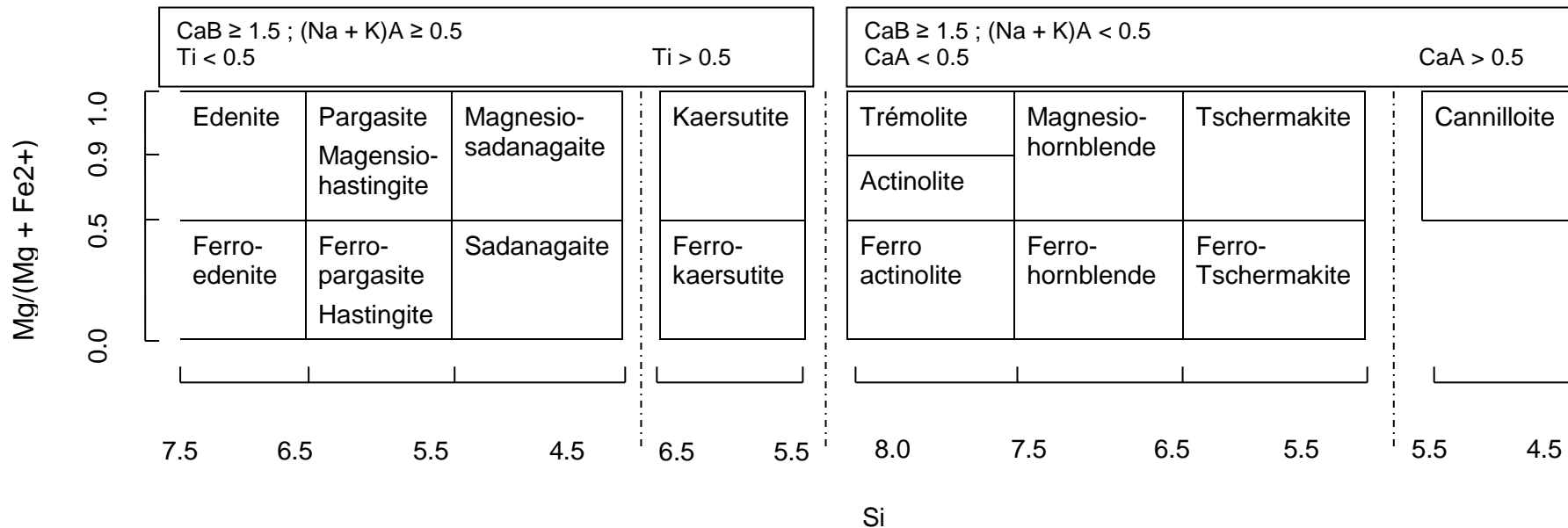
Annexe 6 : Représentation des différentes morphologies asbestiformes et non asbestiformes (d'après Campbell *et al.* 1977)



Annexe 7 : Diagramme des limites de composition des amphiboles calcosodiques (d'après Hawthorne *et al.* 2012)



Annexe 8 : Diagramme de limites de composition des amphiboles sodiques (d'après Hawthorne *et al.* 2012)



Annexe 9 : Grille de lecture des études toxicologiques (*in vivo* et *in vitro*) relatives aux amphiboles de la saisine

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
Pott <i>et al.</i> 1974	<i>In vivo</i> / Injections intra-péritonéales chez le rat	1/ Chrysotile (UICC), 2/ Chrysotile broyé (UICC), 3/ Actinolite granulaire (origine non disponible), 4/ Autres échantillons fibreux (fibres de verre, gypse, Némalite, Palygorskite) (origines non disponibles), autres échantillons granulaires (Biotite, Hématite, Pectolite, Sanidine, Talc) (origines non disponibles). Seuls la longueur des échantillons de fibres et le diamètre des échantillons granulaires sont renseignés	Les échantillons de chrysotile induisent des mésothéliomes chez le rat, contrairement aux échantillons d'actinolite.
Coffin et Palekar, 1978	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales et injections intra-pleurales chez le rat.	1/ Amosite (UICC, Afrique du Sud) : 87 % des fibres d'amosite ont une longueur inférieure à 5 µm et un diamètre inférieur à 1 µm. 2/ Echantillons de taconite (matériaux et air) composés de magnétite, de quartz et d'autres espèces minérales (les auteurs mentionnent la présence d'amphiboles de la famille de la cummingtonite-grunérite) (matériaux et air). Plus de 80% des particules analysées dans les échantillons de taconite (matériaux et air) ont une longueur inférieure à 5 m et un diamètre inférieur à 1 µm.	Les résultats fournis dans la publication ne concernent que les études <i>in vitro</i> . Ces résultats montrent un effet des échantillons de taconite sur la lyse cellulaire similaire à celui induit par les échantillons de trémolite et d'anthophyllite. Les échantillons de grunérite non fibreuse ont montrés un effet nul. Ces résultats ne sont pas informatifs car l'étude ne fournit pas de données sur les dimensions des particules de grunérite non fibreuse, et ne permettent pas de distinguer les morphologies des particules contenues dans les échantillons de taconite. Il n'est pas fait mention de fragments de clivage dans cette étude.
	<i>In vitro</i> / Lyse cellulaire (érythrocytes de moutons et macrophages alvéolaires de lapins)	1/ Amosite (UICC, Afrique du Sud) : 87 % des fibres d'amosite ont une longueur inférieure à 5 µm et un diamètre inférieur à 1 µm. 2/ Chrysotile (UICC) (dimensions non précisées) 3/ Trémolite (Inde) (pas de données sur les dimensions) (dimensions non précisées) 4/ Anthophyllite (UICC, Afrique du Sud) (dimensions non précisées) 5/ Crocidolite (UICC, Afrique du Sud) (dimensions non précisées) 6/ Echantillon de taconite (matériaux) : Plus de 80% des	

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
		particules analysées dans les échantillons de taconite (matériaux et air) ont une longueur inférieure à 5 m et un diamètre inférieur à 1 µm. 7/ Grunérite non fibreuse (origine et dimensions non précisées)	
Palekar <i>et al.</i> 1979	<i>In vitro</i> / Etude de la lyse des érythrocytes et de la cytotoxicité sur cellules CHO	1/ Grunérite « asbestiforme » (UICC amosite). 2/ Grunérite « aciculaire » (Canada). 3/ Cummingtonite « semi-asbestiforme » (c'est-à-dire ayant des caractéristiques intermédiaires) (Dakota du sud). 4/ Cummingtonite « aciculaire » (Dakota du sud). Longueurs de 0,5 à 10 millimètres.	L'hémolyse et la cytotoxicité sont inversement proportionnelles au degré de développement du caractère asbestosique. Toutefois, il n'y a pas d'analyse statistique. La relation entre les dimensions et l'activité est observée pour la grunerite aciculaire (broyage), mais le broyage augmente l'hémolyse. De même, la cytotoxicité est légèrement augmentée par le broyage. L'interprétation des auteurs porte sur le rôle de la surface. Ces résultats ne sont pas informatifs, en dépit des différents types de particules étudiées, par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et sur le nombre de particules.
Smith <i>et al.</i> 1979	<i>In vivo</i> / Injections intra-pleurales chez le hamster	1/ Echantillon de Talc « fibreux » FD14 (Whittaker, Clark & Daniels, Inc., New York City) contenant 50 % de trémolite, 35 % de talc, 10 % d'antigorite et 5 % de chlorite. Cet échantillon est constitué de « fibres longues, certaines fines et d'autres épaisses et de particules amorphes et aplaties ». « Les particules fibreuses observées en MET ont un diamètre moyen de 1 µm ». 2/ Trois échantillons de trémolite : - Echantillon 275 : Cet échantillon est « pauvre en fibres fines et longues ». Le diamètre moyen est de 0,4 µm. Certaines des particules allongées ont une « morphologie fibreuse avec des bords parallèles et d'autres ressemblent davantage à des fragments aciculaires ». - Echantillon 31 : Cet échantillon contient « plusieurs particules fines et longues ». Le diamètre moyen est de 0,5 µm. Certaines des particules ont des « bords parallèles,	Cet article est mentionné dans l'étude d'Addison et Mc Connell (2008). L'étude de Smith <i>et al.</i> (1979) manque de données sur le nombre d'animaux injectés, l'absence de caractéristiques dimensionnelles, et il n'y pas de donnée claire sur la survie des animaux. De plus Smith précise que les cellules, dans les certains mésothéliomes contenaient des particules virales de type C. Ces résultats ne sont pas informatifs, par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles des particules.

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
		<p>mais les autres, bien qu'allongées, ressemblent davantage à des fragments aciculaires qu'à des fibres cristallines ».</p> <p>- Echantillon 72 : Cet échantillon contient « de nombreuses fibres fines et longues, à bords parallèles » Le diamètre moyen est de 0,4 µm. Plusieurs de ces fibres ont une longueur supérieure à 20 µm.</p>	
Monchaux <i>et al.</i> 1981	<i>In vivo</i> / Injections intra-pleurales chez le rat	Echantillons de crocidolite et de chrysotile UICC.	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Stanton <i>et al.</i> 1981	<i>In vivo</i> / Injections intra-pleurales chez le rat	Crocidolite sud-africaine, amosite sud-africaine (standard UICC) L'étude fournit des tables de répartition en pourcentage selon longueur et diamètre de chaque échantillon.	Etude importante sur nombreuses fibres et 1500 rats, sur deux ans. Analyse par contre brève, focalisée sur les critères dimensionnels : l'effet apparait pour les fibres de moins de 1,5 µm de diamètre et plus de 4 µm de longueur. L'effet est maximal pour les fibres de moins de 0,25 µm de diamètre et de plus 8 µm de longueur. En revanche, cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Wagner <i>et al.</i> 1982	<i>In vivo</i> / injections intra-pleurales chez le rat. <i>In vitro</i> / Macrophages péritonéales de souris, Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549), Cellules pulmonaires de hamster chinois (V79-4)	<p>1/ Echantillon A : Trémolite Californie provenant de dépôts de talc contenant à l'origine 62 % de talc et 38 % de trémolite. La quantité de talc a ensuite été réduite par flottation pour obtenir un échantillon de trémolite pure (> 95 %). Les distributions des « fibres » en fonction de leur longueur et de leur diamètre sont fournies dans la figure 1 de l'article. La plupart des fibres ont une longueur inférieure à 6 µm et un diamètre inférieur à 0,8 µm.</p> <p>2/ Echantillon B: Trémolite du Groenland. Les distributions des « fibres » en fonction de leur longueur et de leur diamètre sont fournies dans la figure 2 de l'article. La plupart des fibres ont une longueur inférieure à 3 µm et un diamètre inférieur à 1,2 µm.</p> <p>3/ Echantillon C : trémolite de Corée du Sud. Les distributions des « fibres » en fonction de leur longueur et de leur diamètre sont fournies dans la figure 3 de l'article. Cet échantillon contient des fibres atteignant 140 µm de long, de diamètre inférieur à 0,6 µm pour la plupart.</p>	<p>Cet article est mentionné dans l'étude d'Addison et Mc Connell (2008).</p> <p>Il y a eu deux études différées dans le temps. Dans la première étude, l'échantillon A (trémolite Californie) a été testé; il n'a pas provoqué de tumeurs, contrairement au chrysotile (contrôle positif, 62%). La seconde étude a été marquée par une réduction de la survie due à une infection, deux échantillons, B et C ont été testés. L'échantillon B n'est pas cancérigène (si l'on ne tient pas compte de la mortalité par infection), alors que l'échantillon C provoque 30% de mésothéliomes. Toutefois, et d'après les calculs de Addison et McConnell, le nombre de fibres dans les échantillons est différent. Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de</p>

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
			données sur les caractéristiques morphologiques des échantillons testés.
Chamberlain <i>et al.</i> 1982	<i>In vitro</i> / Macrophages péritonéales de souris, Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549), Cellules pulmonaires de hamster chinois (V79-4)	1/ Crocidolite UICC (contrôle positif). 2/ Sépiolite. 3/ Attapulgite.	Hors sujet. Cet article ne traite pas des fragments de clivage d'amphiboles.
Cook <i>et al.</i> 1982	<i>In vivo</i> / instillations intra-trachéales chez le rat	1/ Ferroactinolite. Longueur moyenne = 3,18 µm, diamètre moyen = 0,41 µm, rapport d'allongement moyen = 9,0. 2/ Crocidolite. Longueur moyenne = 3,44, diamètre moyen = 0,29, rapport d'allongement moyen = 11,8.	Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des échantillons testés.
Coffin <i>et al.</i> 1982	<i>In vivo</i> / instillations intra-trachéales et injections intra-pleurales chez le rat	Cf. Cook <i>et al.</i> , 1982.	Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des échantillons testés.
Coffin <i>et al.</i> 1983	<i>In vitro</i> / Macrophages de lapin, étude de la lyse des érythrocytes et de la cytotoxicité sur cellules CHO	Cf. Cook <i>et al.</i> , 1982.	Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des échantillons testés.

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
McConnell <i>et al.</i> 1983	<i>In Vivo</i> / Ingestion chez le rat	1/ Trémolite non fibreuse 2/ Amosite Les dimensions des particules de trémolite et d'amosite par intervalles de longueur et de rapport d'allongement sont décrites dans les tableaux 3 et 5 de l'article. Pour la trémolite la majorité des particules sont courtes et ont un rapport d'allongement inférieur à 3. 8 % des particules ont une longueur supérieure à 10 µm, pour un diamètre moyen de 5,22 µm. 65 % de ces particules ont un rapport d'allongement supérieur à 3.	La voie d'exposition n'est pas appropriée dans le contexte de cette saisine. L'échantillon de trémolite est utilisé comme contrôle négatif. Aucune toxicité n'est induite par cet échantillon. Cet échantillon, décrit comme de la trémolite « non fibreuse », est constitué en majorité de particules non allongées mais contient des particules allongées en faible proportion. Il manque des données sur les caractéristiques morphologiques des particules.
Woodworth <i>et al.</i> 1983	<i>In vitro</i> / HTE*	1/ Chrysotile (Manville Corp., Denver, Co (échantillons de la mine de Jeffrey, Québec). 2/ Antigorite (Wards Scientific Est (échantillon d'Arizona). 3/ Crocidolite (UICC). 4/ Riébeckite (Wards natural science Est., Rochester, N.Y., échantillon de fluor-riébeckite de El Paso county, Co.). Un échantillon d'attapulgite et deux échantillons de fibres de verre ont également été testés. Les distributions des particules en fonction de leur longueur et de leur diamètre sont fournies dans les tableaux 2 et 3 de l'article. Il n'y a pas de données sur la longueur des échantillons de riébeckite et d'antigorite.	L'analyse des données montre que les échantillons de riébeckite sont constitués de particules minérales non allongées. Moins de 1 % des particules ont un rapport d'allongement supérieur à 3. Les résultats de cette étude n'apportent pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.
McConnell <i>et al.</i> 1984	Etude citée dans la revue d'Addison et McConnell, 2008. Non disponible dans son intégralité. Ne concerne pas les fragments de clivage.		
Wagner <i>et al.</i> 1984	Etude citée dans la revue d'Addison et McConnell, 2008. Hors sujet de la saisine.		
Davis <i>et al.</i> 1985	<i>In vivo</i> / Inhalation et injections intrapéritonéales chez le rat.	1/ Trémolite de Corée (pure à 95 %). Environ 50 % des particules ont une longueur inférieure à 3 µm et environ 50 % des particules. Ont un diamètre inférieur à 0,2 µm. La photo (Figure 2) semble montrer que cet échantillon contient des fragments de clivage. 2/ Brucite (pure à 85 – 90 %). Cet échantillon contient du chrysotile.	Cet article est cité dans la revue d'Addison et McConnell, 2008. Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs, par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des échantillons testés.

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
Davis <i>et al.</i> 1986	<i>In vivo</i> / Inhalation et injections intrapéritonéales chez le rat.	1/ Amosite sud-africaine longue. 2/ amosite courte produite artificiellement par broyage des amosites longues.	Cet article est cité dans la revue d'Addison et McConnell, 2008. Les résultats de cette étude n'apportent pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage.
Brown <i>et al.</i> 1986	<i>In vitro</i> / Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549), Cellules pulmonaires de hamster chinois (V79-4)	1/ Chrysotile UICC. 2/ Chrysotile UICC – particules respirables. 3/ Chrysotile UICC – superfines. 4/ Crocidolite UICC. 5/ Crocidolite UICC – particules respirables. 6/ Anthophyllite UICC – particules respirables. 7/ Amosite UICC. 8/ Fibres longues d'amosite. 9/ Fibres courtes d'amosite. 10 / Amosite « industriel » (issu des systèmes de filtration d'air d'une usine d'amiante). 11/ Trémolite de Corée. Autres échantillons : céramique, brucite.	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs, par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des particules testées.
Pott <i>et al.</i> 1987	<i>In vivo</i> / Injections intrapéritonéales et instillations intratrachéales chez le rat	50 échantillons testés. Actinolite, actinolite granulaire, anthophyllite UICC, Attapulgate (plusieurs échantillons de différentes origines), Laine de basalte Brucite, Laine de céramique, Chrysotile (Californie, USA), Chrysotile UICC, Chrysotile UICC traité, Chrysotile UICC broyé, Crocidolite (Afrique du Sud), Erionite (USA et Turquie) Fibres de verre (> 10 échantillons d'origines différentes), Magnetite (USA), Néalite (FRG), Quartz, Laines de roches, Wollastonite etc. Les caractéristiques dimensionnelles fournies dans l'articles sont limitées (longueurs et diamètres médians).	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs, par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des particules testées.
Hansen et Mossman, 1987	<i>In vitro</i> / Macrophages alvéolaires de rats	1/ Crocidolite (UICC) 2/ Riébeckite (Wards natural science Est.) Les caractéristiques dimensionnelles ne sont pas détaillées. 3 et 4/ Fibres de verre. 5/ Erionite. 6/ Mordénite. 7/ Sépiolite.	Cette étude est citée dans la revue de Mossman, 2008. Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles des particules testées. Dans cet article une image en META de riébeckite montre des particules non fibreuses, en très grande majorité, et

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
		Les distributions des particules en fonction de leur longueur et de leur diamètre sont fournies dans la figure 2 de l'article.	quelques particules allongées, épaisses. Cette étude n'apporte donc pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.
Marsh et Mossman, 1988	Etude citée dans la revue de Mossman, 2008. Cette étude ne concerne pas les fragments de clivage.		
Sesko et Mossman, 1989	<i>In vitro</i> / HTE	Cf. Woodworth <i>et al.</i> 1983. 1/ Chrysotile (Manville Corp., Denver, Co (échantillons de la mine de Jeffrey, Québec). 2/ Antigorite (Wards natural science Est.). 3/ Crocidolite (UICC). 4/ Riébeckite (Wards natural science Est.). Les caractéristiques dimensionnelles ne sont pas détaillées.	Cette étude est citée dans la revue de Mossman, 2008. Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles des particules testées. Il s'agit vraisemblablement de particules de riébeckite non allongées (Cf. Woodworth <i>et al.</i> 1983), ce qui n'apporte pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.
Mossman <i>et al.</i> 1989	<i>In vitro</i> / Macrophages alvéolaires de rats	1/ Crocidolite 2/ Erionite 3/ Fibre de verre 4/ Sépiolite 5/ Riébeckite. Les caractéristiques dimensionnelles ne sont pas détaillées. L'échantillon de riébeckite est décrit comme non fibreux.	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles des particules testées. Il s'agit vraisemblablement de particules de riébeckite non allongées, ce qui n'apporte pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.
Pott <i>et al.</i> 1989	<i>In vivo</i> / Injections intra-péritonéales chez le rat	Cette étude concerne d'avantage les fibres synthétiques. cf. Pott <i>et al.</i> 1974 et 1987 pour les échantillons de particules minérales testés.	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles des particules testées
Donaldson <i>et al.</i> 1989	<i>In vivo</i> / Injections intra-péritonéales chez le rat	1/ Fibres longues d'amosite sud-africaine. 2/ Fibres courtes d'amosite sud-africaine. 3/ Amosite UICC.	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
NTP, 1990	<i>In vivo</i> / Ingestion chez le rat et la souris	Echantillons de trémolite (Talc, Governor, NY). Les dimensions des particules de trémolite et de chrysotile par intervalles de longueur et de rapport d'allongement sont décrites dans les tableaux 2 du rapport (Cf. McConnell <i>et al.</i> 1983). Pour la trémolite la majorité des particules sont courtes et ont un rapport d'allongement inférieur à 3. 8 % des particules ont une longueur supérieure à 10 µm, pour un diamètre moyen de 5,22 µm. 65 % de ces particules ont un rapport d'allongement supérieur à 3.	La voie d'exposition n'est pas appropriée dans le contexte de cette saisine. Les auteurs concluent que cette étude n'apporte pas d'éléments en faveur d'un effet cancérigène de la trémolite décrite comme « non fibreuse ». A noter que l'échantillon contient des particules allongées en faible proportion. Il manque des données sur les caractéristiques morphologiques des particules.
Mossman et Sesko, 1990	<i>In vitro</i> / HTE	Cf. Woodworth <i>et al.</i> , 1983. 1/ Chrysotile (Manville Corp., Denver, Co (échantillons de la mine de Jeffrey, Québec). 2/ Antigorite (Wards natural science Est.). 3/ Crocidolite (UICC). 4/ Riébeckite (Wards natural science Est.). Les caractéristiques dimensionnelles ne sont pas détaillées.	Cette étude est citée dans la revue de Mossman, 2008. Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles des particules testées. Il s'agit vraisemblablement de particules de riébeckite non allongées (cf. Woodworth <i>et al.</i> 1983), ce qui n'apporte pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.
Pott <i>et al.</i> , 1991	<i>In vivo</i> / Injections intra-pleurales et intra-péritonéales chez le rat	1/ Chrysotile UICC. 2/ Chrysotile Calidria. 3/ Crocidolite SA. 4/ Crocidolite UICC. 5/ Actinolite. 6/ Anthophyllite Autres échantillons : basaltes, Attapulgite, sépiolite, ériolite, fibres de verre	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des particules testées.
Kane, 1991	<i>In vivo</i> / Injections intra-péritonéales chez le rat	Crocidolite UICC.	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Oberdörster et Lehnert 1991			Etude citée dans la revue d'Addison et McConnell, 2008. Concerne les mécanismes d'action des fibres minérales. Ne concerne pas les fragments de clivage.

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
Jaurand, 1991			Etude citée dans la revue d'Addisson et McConnell, 2008. Concerne les mécanismes d'action des fibres minérales. Ne concerne pas les fragments de clivage.
Donaldson et al. 1991			Etude citée dans la revue d'Addisson et McConnell, 2008. Non disponible dans son intégralité. Ne concerne pas les fragments de clivage.
Vasilewa et al. 1991	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	Fibres synthétiques.	Hors sujet. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Davis et al. 1991	<i>In vivo</i> / Injections intra-péritonéales chez le rat	Etude de 6 échantillons de trémolite (1 : trémolite de Californie, 2 : trémolite de Corée, 3 : trémolite de Swansea, 4 : Trémolite d'Italie, 5 : Trémolite d'Ecosse (Dornie), 6 : trémolite d'Ecosse (Shiness). Ces échantillons diffèrent par les caractéristiques dimensionnelles de fibres et la structure (proportion plus ou moins grande d'asbestiformes et de fragments de clivage). L'article détaille les caractéristiques dimensionnelles des fibres. Ces données sont reprises dans le tableau 15 du rapport.	Cette étude est pertinente. Les échantillons "fragments de clivage" sont les moins actifs, toutefois un échantillon qui en contient majoritairement est très actif. Une relation est proposée entre le nombre de fibres $L > 8$ micromètres; diamètre $< 0,25$ micromètre, mais la relation n'est pas absolue et les auteurs considèrent que d'autres paramètres sont à considérer.
Guthrie, 1992			Revue de la bibliographie sur les effets biologiques de différentes particules minérales. Il n'y a pas de données sur les fragments de clivage.
Janssen et al. 1994	<i>In vitro</i> / HTE et RPM*	1/Crocidolite (Thermal Insulation Manufacturers Association Fiber Repository (TIMA, Littleton, CO)). Le diamètre moyen est de $0,27 \mu\text{m}$, la longueur moyenne est de $11,4 \mu\text{m}$. 2/ Chrysotile (Thermal Insulation Manufacturers Association Fiber Repository (TIMA, Littleton, CO)). Le diamètre moyen est de $0,08 \mu\text{m}$, la longueur moyenne est de $1,1 \mu\text{m}$. 3/ Riebeckite (origine non décrite). Le diamètre moyen est de $0,8 \mu\text{m}$. La longueur moyenne n'est pas fournie. Les auteurs mentionnent un rapport d'allongement inférieur à 3. Autres particules testées : MMVF-10, RCF-1, Erionite.	Cette étude est citée dans la revue de Mossman, 2008. La seule indication est que les particules de riebeckite ont un rapport d'allongement inférieur à 3. Il ne s'agit pas de "fibres" mais de particules non fibreuses. Cet article n'apporte donc pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.
Donaldson et Golyasny, 1995	<i>In vitro</i> / Macrophages de lapin, étude de la lyse des érythrocytes et de la cytotoxicité sur cellules CHO	Cf. Davis et al. 1985	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
Berman <i>et al.</i> 1995	<i>In vivo</i> / Injections intra-péritonéales chez le rat	Reprise, à des fins d'analyse statistique, des données obtenues dans les expérimentations d'inhalation réalisées par Davis <i>et al.</i> (1991), chez le rat AF/HAN exposé à des fibres d'amiante (amphiboles, chrysotile).	L'objectif était de déterminer quel paramètre de mesure de l'exposition peut permettre d'anticiper l'incidence de tumeurs. Les résultats ont montré qu'aucune mesure univariée ne permet de décrire correctement la réponse tumorale, bien que la prise en considération de la concentration en particules > 20 µm de long présente la meilleure corrélation. Une analyse statistique multivariée, qui prend en compte des catégories de longueur (inférieure à 5 µm, 5 à 10 µm, 10 à 20 µm, 20 à 40 µm et ≥ 40 µm), en combinaison avec des diamètres (< 0,15 µm, de 0,15 à 0,30 µm, de 0,30 à 1 µm, de 1 à 5 µm et ≥ 5 µm), a permis de suggérer que les structures (fibres et « clusters ») inférieures à 5 µm de long n'ont pas de potentiel cancérogène ; que les structures qui sont soit fines (diamètre < 0,3 µm), soit épaisses (diamètre ≥ 5 µm) ont un potentiel positif. Pour ces deux types, le potentiel augmente avec la longueur. Cette étude ne fournit pas davantage d'éléments que celle de Davis <i>et al.</i> , 1991 sur la toxicité des fragments de clivage.
Yegles <i>et al.</i> 1995	<i>In vitro</i> / RPM	1/ Chrysotile UICC. 2/ Amosite UICC. 3/ Crocidolite UICC. 4/ Chrysotile canadien (Société nationale de l'amiante, Québec). 5/ Chrysotile superfine (Wagner). Autre : titanium dioxide, attapulgite, RCF, MMVF Les longueurs et les diamètres moyens des particules de chaque échantillon sont disponibles dans le tableau 1 de l'article.	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Chen <i>et al.</i> 1996	<i>In vitro</i> / Lignées de cellules mésothéliales humaines non malignes (MET 5A).	Echantillons de crocidolite et de riébeckite. Les dimensions ne sont pas détaillées, les auteurs indiquent avoir étudié les échantillons de crocidolite et de riebeckite de l'étude de Woodworth <i>et al.</i> 1983. La seule indication indiquée dans l'étude est que la riebeckite à un rapport d'allongement inférieur à 3.	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles des particules testées. Il s'agit vraisemblablement de particules de riébeckite non allongées (Cf. Woodworth <i>et al.</i> , 1983), ce qui

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
			n'apporte pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.
Zanella <i>et al.</i> 1996	<i>In vitro</i> / RPM	1/ Crocidolite (Thermal Insulation Manufacturers Association Fiber Repository (TIMA, Littleton, CO)). 2/ Chrysotile (Thermal Insulation Manufacturers Association Fiber Repository (TIMA, Littleton, CO)). 3/ Riebeckite. 4/ Antigorite. Les particules de riebeckite et d'antigorite ont un rapport d'allongement inférieur à 3.	Cette étude est citée dans la revue de Mossman, 2008. La seule indication est que les particules de riebeckite ont un rapport d'allongement inférieur à 3. Il ne s'agit pas de "fibres" mais de particules non fibreuses. Cet article n'apporte donc pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.
Roller <i>et al.</i> 1996	<i>In vivo</i> / injections intra-péritonéales chez le rat	Echantillons de trémolite, de crocidolite et de fibres de verre. Les particules étudiées sont celles ayant un rapport d'allongement supérieur à 5 et un diamètre inférieur à 2 µm. Le tableau 2 de l'article fournit la répartition des fibres en fonction de leur longueur.	En dépit des données sur les caractéristiques dimensionnelles, les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des échantillons testés.
Roller <i>et al.</i> 1997	<i>In vivo</i> / injections intra-péritonéales chez le rat	Cf. Roller <i>et al.</i> 1996.	Cf. Roller <i>et al.</i> , 1996. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage. Bien que toutes les dimensions soient disponibles, il n'y a pas de caractérisations morphologiques supplémentaires permettant de différencier des fragments de clivage.
Janssen <i>et al.</i> 1997a	<i>In vitro</i> / HTE et RPM	Cf. Janssen <i>et al.</i> 1994	Cf. Janssen <i>et al.</i> 1994.
Janssen <i>et al.</i> 1997b	<i>In vitro</i> / cellules épithéliales pulmonaires de rats	Espèces réactives de l'oxygène. Hors sujet.	Cette étude est citée dans la revue de Mossman, 2008. Hors sujet.
Wylie <i>et al.</i> 1997	<i>In vitro</i> / HTE et RPM	1/ Echantillon de talc FD 14 composé de 37 % de talc, de 35 % de trémolite, de 15 % de serpentine, 12 % de silicates non identifiés et de moins de 2% de minéraux inconnus. 2/ Echantillon de talc S 157 composé de 60 % de talc, de 12 % de trémolite, de 21 % de silicates non identifiés, de de 3 %	Le rôle des fragments de clivage ne peut pas être évalué car les échantillons de talc sont composés d'un mélange de particules. Les résultats ont montré que échantillons avaient un effet comparable lorsqu'ils étaient exprimés en

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
		d'anthophyllite, et de 1% de quartz et de 4 % d'autres minéraux. 3/ Echantillon de talc CPS 183 composé de 50% de talc, de 12 % de quartz, de 28 % de silicates non identifiés, de 4% de trémolite, de 3 % d'anthophyllite et de 4 % d'autres minéraux. 3/ Echantillon de crocidolite (NIEHS). 4/ Echantillon de Chrysotile (NIEHS). Les auteurs indiquent que les échantillons de talc contiennent des fragments de clivage de trémolite. Les caractéristiques dimensionnelles figurent en tant que nombre de fibres/ μg dans différentes classes granulométriques. Le nombre de fibres dans l'échantillon de crocidolite est toujours supérieur à celui de l'échantillon FD14.	nombre de fibres de longueur supérieure à 5 μm ou en surface spécifique sur cellules RPM, mais sur les cellules HTE, un effet prolifératif à faibles concentrations était observé avec le crocidolite uniquement.
Ilgren et Chatfield, 1998	<i>In vivo</i> / Inhalation chez le rat	Trois échantillons de chrysotile de longueurs différentes (Coalinge, UICC et Jeffrey).	Hors sujet. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
McDonald, 1998			Revue de la littérature sur la biopersistence et la cancérogénicité des amphiboles et du chrysotile. Cette étude est un argumentaire sans réelle métaanalyse en faveur de l'importance du paramètre biopersistence dans la toxicité relative des fibres. Cette étude ne traite pas des fragments de clivage.
Miller <i>et al.</i> 1999	<i>In vivo</i> / Inhalation chez le rat	1/ amosite sud-africaine (cf. Davis <i>et al.</i> 1986). Fibres longues (L > 5 μm , voir 25 μm). 2/ Autres échantillons : RCF, MMVF etc.	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Zanella <i>et al.</i> 1999	<i>In vitro</i> / RPM	Cf. Zanella <i>et al.</i> 1996	Cf. Zanella <i>et al.</i> 1996.
Rapisarda <i>et al.</i> 2003	<i>In vitro</i>	1/ Fluoroédénite (Biancavilla, Italie) 2/ Crocidolite UICC	Article en Italien, non disponible en français. D'après le résumé, cet article n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Travaglione <i>et al.</i> 2003	<i>In vitro</i> / Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549)	Fluoro-édénite « prismatique » (Biancavilla, Dr Gianfagna, Department of Earth Science, "La Sapienza" University, Rome). Les cristaux de fluoro-édénite ont été mécaniquement des échantillons de lave, jusqu'à obtenir 0,3 mg d'échantillons. Ces échantillons ont ensuite été broyés pour obtenir des cristaux de fluoro-édénite approximativement de 20 μm de longueur et de 3 μm de largeur.	Non, les échantillons testés sont des particules minérales non allongées. Ces résultats n'apportent pas d'éléments sur la toxicité des fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.
Dodson <i>et</i>			Revue de la littérature et discussion sur le lien entre la longueur des fibres d'amiante et la toxicité. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
al. 2003	fragments de clivage.		
Soffritti et al. 2004	<i>In vivo</i> / injections intra-pleurales et intra-péritonéales chez le rat	1/ Fluoroédénite « fibreuse ». 2/ Fluoroédénite « prismatique ». Les caractéristiques dimensionnelles des échantillons ne sont pas détaillées.	Des mésothéliomes ont été observés chez les rats exposés à la fluoroédénite fibreuse uniquement. Ces résultats ne sont pas informatifs, par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des particules testées.
Ilgren, 2004	Revue bibliographique d'études <i>in vivo</i> et <i>in vitro</i>	Revue bibliographique d'études <i>in vivo</i> et <i>in vitro</i> et d'études épidémiologiques.	Cet article est pertinent dans la mesure où il cite des « fragments de clivage ».
Bernstein et al. 2005a	<i>In vivo</i> / Inhalation chez le rat	1/ Trémolite pure (IOM). Longueur moyenne = 5,49 µm, diamètre moyen = 0,32 µm. 2/ Chrysotile (Coalinga Mine in New Indria, CA, USA). Longueur moyenne = 3,61 µm, diamètre moyen = 0,08 µm. Seules les fibres ayant un rapport d'allongement supérieur à 3 ont été considérées. Le diamètre a été déterminé au point maximal. Les autres objets sont considérés comme des particules non fibreuses.	Les auteurs expliquent les différences de résultats entre le chrysotile (résultats < 0) et la trémolite (résultats > 0) du fait de la stabilité des fibrilles de trémolite. Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs, par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des particules testées.
Bernstein et al. 2005b	<i>In vivo</i> / Inhalation chez le rat	Chrysotile canadien.	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Travaglione et al. 2006	<i>In vitro</i> / Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549)	Fluoro-édénite (Biancavilla, Dr Gianfagna, Department of Earth Science, "La Sapienza" University, Rome). La longueur moyenne des fibres de fluoro-édénite est de 15,5 µm, et le diamètre moyen de 0,45 µm. L'étude fournit une image microscopique de l'échantillon de fluoro-édénite fibreuse testée.	Cette étude indique que la fluoro-édénite fibreuse à la capacité de transformer les cellules pulmonaires humaines A549 et à induire la libération de cytokine proinflammatoire par ces cellules, de façon similaire à la crocidolite. Oui, pour la toxicité des fibres de fluoro-édénite. Cette étude ne fait pas mention de fragments de clivage. Les fibres testées sont décrites comme asbestiformes.
Mijailovich et al. 2007	<i>In vitro</i> / Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549)	Echantillon de riebeckite (fournit par l'équipe de Mossman). Cet échantillon est défini comme « non fibreux ». Les dimensions ne sont pas renseignées.	Modélisation mathématique des contraintes mécaniques d'une particule sur l'épithélium bronchique et de l'induction de sécrétion d'IL8. Cette étude est plutôt en faveur d'une action proinflammatoire de particules non fibreuses. Mais il

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
			s'agit d'une approche théorique, sans comparaison avec des particules asbestiformes de dimensions similaires.
Fubini et Fenoglio, 2007	Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.		
Blake <i>et al.</i> 2007	<i>In vitro</i> / Macrophages de souris	1/ Echantillon d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS). Le diamètre moyen est de 0,61 µm, la longueur moyenne de 7,21 µm et le rapport d'allongement moyen de 22,52 µm. 2/ Echantillon de crocidolite (Research Triangle Institute). Le diamètre moyen est de 0,16 µm, la longueur moyenne de 4,59 µm et le rapport d'allongement moyen de 34,05 µm. Le rapport d'élongation est plus élevé pour le crocidolite que pour 6-mix.	Il n'est pas mentionné des fragments de clivage. Effets étudiés sur macrophages. Les deux types de fibres sont internalisés par les macrophages et provoquent la génération de ROS intracellulaires. Seul le crocidolite provoque un endommagement de l'ADN (oxydation ADN, diminution anti-oxydants, quantification de Ogg1). Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des échantillons testés. En revanche, cet article est utile pour la comparaison des toxicités des échantillons de LA et de crocidolite.
Blake <i>et al.</i> 2008	<i>In vitro</i> / Macrophages de souris	1/ Echantillon d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS). 2/ Wollastonite (NYCO minerals (Willsboro NY)). Contrôle "non fibreux". Les caractéristiques dimensionnelles des particules ne sont pas détaillées.	L'échantillon de LA 6 mix induit l'apoptose et l'expression d'autoantigènes à la surface des cellules apoptotiques (blebs). <i>In vivo</i> , les blebs à la surface de cellules apoptotiques sont reconnus par des autoanticorps de souris exposées à Libby <i>in vivo</i> . Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des particules testées.
Mossman, 2008	Revue bibliographique d'études <i>in vivo</i> et <i>in vitro</i>	Revue bibliographique d'études portant entre autres sur l'antigorite et la riébeckite.	Cet article est pertinent dans la mesure où il cite des « fragments de clivage ». La revue mentionne "Since cleavage fragments of respirable dimensions have generally proven nonpathogenic in animal studies, little data exists on assessing well-characterized preparations of cleavage fragments in <i>in vitro</i> models. The available

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
			<p>studies show that cleavage fragments are less bioreactive and cytotoxic than asbestiform fibers." or, aucun des travaux référencés comme apportant une preuve à ces conclusions ne fait état de fragments de clivage (cf. commentaires de chacun des articles cités).</p> <p>De plus, lorsque les données sont disponibles, il apparaît que les particules testées dans ces études sont des particules non allongées. Ainsi, la conclusion "The results summarized above represent a large body of work showing that nonasbestiform minerals are less potent than asbestos fibers in a number of in vitro bioassays. In most assays, these cleavage fragments or non-fibrous minerals are virtually inactive." n'est pas justifiée pour les fragments de clivage ayant les dimensions d'une fibre.</p>
Putnam <i>et al.</i> 2008	<i>In vivo</i> / instillations intra-trachéales chez la souris	<p>Cf. Blake <i>et al.</i>, 2007</p> <p>1/ Echantillon d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS). Le diamètre moyen est de 0,61 µm, la longueur moyenne de 7,21 µm et le rapport d'allongement moyen de 22,52 µm.</p> <p>2/ Echantillon de crocidolite (Research Triangle Institute). Le diamètre moyen est de 0,16 µm, la longueur moyenne de 4,59 µm et le rapport d'allongement moyen de 34,05 µm.</p>	<p>Etude de l'expression génique (micro arrays) dans le poumon, 6 mois après l'exposition. Les échantillons de LA 6-mix et de crocidolite induisent une fibrose, moins étendue avec le LA 6-mix. Les deux types d'échantillons montrent le même profil de modification de l'expression des gènes, plus particulièrement gènes associés aux membranes. Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des échantillons testés. En revanche, cet article est utile pour la comparaison des toxicités des échantillons de LA et de crocidolite.</p>
Price <i>et al.</i> 2008b	Synthèse d'études toxicologiques et épidémiologiques sur la trémolite asbestiforme et non asbestiforme, sans analyse critique des études. Les études citées ont été revues par le groupe de travail.		
Fornero <i>et al.</i> 2009	<i>In vitro</i>	Fraction inhalable d'échantillons provenant de roches des Alpes (Italie) contenant des mélanges d'amphiboles « amiante » (trémolite, actinolite, crocidolite), du chrysotile, des	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des particules

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
		phyllosilicates et d'autres particules minérales.	testées. Les amphiboles contenues dans les échantillons sont décrites comme « amiante » par les auteurs de l'étude.
Turci <i>et al.</i> 2009	<i>In vitro</i>	1/ Chrysotile commercial (mine de Balangero, Italie). 2/ Balangeroite (mine de balangero, Italie). Cet échantillon est décrit comme asbestiforme. 3/ Trémolite pure (Jovenceaux-Oulx, Italie). 4/ Trémolite (Lanzo Valley, Italie (riche en fer)). 5/ Chrysotile pure (Italie).	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des particules testées.
Smartt <i>et al.</i> 2010	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez la souris	Cf. Blake <i>et al.</i> , 2007. 1/ Echantillon d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS). Le diamètre moyen est de 0,61 µm, la longueur moyenne de 7,21 µm et le rapport d'allongement moyen de 22,52 µm. 2/ Echantillon de crocidolite (Research Triangle Institute). Le diamètre moyen est de 0,16 µm, la longueur moyenne de 4,59 µm et le rapport d'allongement moyen de 34,05 µm.	Les deux types d'échantillons produisent une accumulation de collagène; moins importante (à dose équivalente) pour l'échantillon de LA 6 mix que pour celui de crocidolite. Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des échantillons testés. En revanche, cet article est utile pour la comparaison des toxicités des échantillons de LA et de crocidolite.
Duncan <i>et al.</i> 2010	<i>In vitro</i> / Cellules humaines épithéliales bronchiolaires	1/ Echantillon d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS). 2/ Amosite UICC. Les échantillons ont été séparés pour obtenir une fraction respirable (fractionné). Les dimensions détaillées sont données dans le supplementary data.. L'épaisseur des échantillons est équivalent, mais l'échantillon de LA 6 mix est plus court et à un rapport d'allongement plus faible que celui d'amosite.	Etude de la réponse proinflammatoire (IL-8, COX-2, HO-1) (mRNA). Cette étude a précédé celle de Duncan <i>et al.</i> , 2014. La comparaison non fractionné/fractionné indique que les échantillons non fractionnés de LA 6 mix et d'amosite ont un effet similaire à masse égale, mais l'échantillon d'amosite fractionné est plus actif que celui de LA 6 mix fractionné. Les auteurs ont comparé par rapport à la surface et au nombre de fibres, et n'ont pas trouvé d'effets similaires. Ici, toutes les particules sont prises en considération; pas seulement les « fibres » ayant un rapport d'allongement supérieur à 3. Cela peut expliquer les différences de résultats, par rapport à la métrique, entre les deux études. La discussion sur la comparaison des effets tourne autour du nombre de fibres/unité de masse, de la présence de particules non amphiboles (calcite, K-

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
			feldspath, vermiculite...), surface, dimensions et production de ROS. A part les dimensions, les autres paramètres sont équivalents entre LA et amosite. Cet article est utile pour la comparaison des toxicités des échantillons de LA et d'amosite. La figure 1D de l'article montre que l'échantillon de LA comporte des fragments de clivage.
Hillegass <i>et al.</i> 2010	<i>In vitro</i> / Cellules mésothéliales humaines	1/ Echantillon d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS). Il est mentionné que cet échantillon est composé de particules asbestiformes et non asbestiformes (fragments de clivage) 2/ Crocidolite (NIEHS).	Etude des effets de crocidolite et Libby sur cellules mésothéliales (LP9/TERT-1) (et HKNM-2). Un stress oxydatif est observé avec les deux échantillons. Les deux échantillons induisent également des modifications de l'expression de gènes (IL8, TFP12, PDK, SOD, ATF3; OXTR, CYP24A1, PPL par exemple). Cette étude est pertinente dans la mesure où elle fait état de fragments de clivage.
Pietruska <i>et al.</i> 2010	<i>In vitro</i> / Cellules épithéliales humaines pulmonaires	2/ Crocidolite (UICC). Dans le supplément, les auteurs donnent la distribution de taille des échantillons de LA 6 mix et de crocidolite. Les particules de l'échantillon de LA 6 mix sont plus longues et plus épaisses que celles de l'échantillon de crocidolite.	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Srivastava <i>et al.</i> 2010	<i>In vitro</i> / Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549)	1/ Amosite (Gujrat Composite Pvt Ltd, India). Les longueurs sont renseignées par classes : 57,2 % des particules ont une longueur inférieure à 5 µm, 28,4 % des particules ont une longueur comprise entre 10 et 20 µm, 14,4 % ont une longueur comprise entre 21 et 30 µm. 2/ Crocidolite ((Gujrat Composite Pvt Ltd, India). Les longueurs sont renseignées par classes : 51,8 % des particules ont une longueur inférieure à 5 µm, 22,8 % des particules ont une longueur comprise entre 10 et 20 µm, 25,4 % ont une longueur comprise entre 21 et 30 µm. 3/ Trémolite (Beawer and Deogarh, Rajasthan, India). Les longueurs sont renseignées par classes : 49,7 % des particules ont une longueur inférieure à 5 µm, 21,1 % des particules ont	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
		une longueur comprise entre 10 et 20 µm, 29,2 % ont une longueur comprise entre 21 et 30 µm.	
Giantomas si <i>et al.</i> 2010	<i>In vitro</i> / Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549)	Echantillons de chrysotile "standard" NIST et ciments L'étude ne fournit aucune donnée statistique sur les dimensions des fibres. Analyse chimique seulement.	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Musumeci <i>et al.</i> 2011	<i>In vitro</i> / Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549) et Lignées de cellules mésothéliales humaines non malignes (MET 5A)	Fluoroédénite (Biancavilla, Italie, Department of Earth Science "La Sapienza" University, Rome). Les caractéristiques dimensionnelles ne sont pas détaillées.	Les résultats de cette étude ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Belpoggi <i>et al.</i> 2011	<i>In vivo</i> / Injections intra-pleurales et intra-péritonéales chez le rat	Fluoro-édénite. Les échantillons testés sont les mêmes que dans l'étude de Soffritti 2004 (Biancavilla, Dr Gianfagna, Department of Earth Science "La Sapienza" University, Rome).	L'étude n'est pas disponible. Il s'agit de la poursuite de l'étude de Soffritti et al, 2004. Cette étude n'apporte a priori pas d'information sur les fragments de clivage.
Padilla-Carlin <i>et al.</i> 2011	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	1/ Echantillon d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS). 2/ Amosite (Research Triangle Institute (NC)). Pas de données sur les caractéristiques dimensionnelles ou morphologiques. Les auteurs renvoient aux caractéristiques reportées dans Meeker et al. (2003) pour les échantillons bruts, et Duncan 2010 pour la préparation des fractions respirables.	Etude de l'inflammation (BAL, cellules et facteurs inflammatoires; fibrose pulmonaire). Les auteurs rapportent un effet moindre de l'échantillon de LA 6 mix comparé à celui d'amosite, à dose comparable (massique). La fibrose est persistante à plus forte dose. Il n'y a pas de corrélation entre l'inflammation et le nombre total de particules toutes tailles confondues. Il y a une corrélation avec les fibres de longueur supérieures à 5 ou 10 µm (respectivement, $R^2 = 0.83$ et 0.87) (pas d'amélioration pour la classe $L \geq 20$ µm). Pour la fibrose, une corrélation est rapportée pour les fibres de longueur supérieure à 20 µm ($R^2 =$

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
			0,99). Les auteurs suggèrent: Nb de fibres $\geq 5 \mu\text{m}$ long ou $10 \mu\text{m}$ long Cet article est utile pour la comparaison des toxicités des échantillons de LA et d'amosite mais il n'y a pas de données sur les caractéristiques morphologiques des échantillons testés.
Case <i>et al.</i> 2011	Revue de la littérature sur l'impact de la variabilité des définitions associées à l'amiante sur l'interprétation et la comparaison des résultats d'études toxicologiques et épidémiologiques. Cette étude ne mentionne pas les fragments de clivage.		
Huang <i>et al.</i> 2011	Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.		
Gwinn, 2011	Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.		
Aust <i>et al.</i> 2011	Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.		
Mossman <i>et al.</i> 2011	Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.		
Broadus <i>et al.</i> 2011	Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.		
Below <i>et al.</i> 2011	Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.		
Shannahan <i>et al.</i> 2011a	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	Echantillon fractionné ($\text{PM}_{2,5}$) d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS). Longueur moyenne = $4,99 \pm 4,53 \mu\text{m}$; Diamètre moyen = $0,28 \pm 0,19 \mu\text{m}$.	L'objectif était de comparer les effets sur différentes souches de rat prédisposés à des maladies cardiovasculaires. Les auteurs n'observent pas de différence entre les souches quant à l'inflammation précoce et la fibrose tardive. Une différence est en revanche observée dans les mesures de biomarqueurs (protéines dans le lavage et ferritine). Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
Shannahan <i>et al.</i> 2011b	<i>In vitro</i> / Cellules épithéliales pulmonaires humaines <i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	Cf. Shannahan <i>et al.</i> , 2011a. Echantillon fractionné (PM _{2,5}) d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS).	Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Shannahan <i>et al.</i> 2012a	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	Cf. Shannahan <i>et al.</i> , 2011a. Echantillon fractionné (PM _{2,5}) d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS).	Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Shannahan <i>et al.</i> 2012b	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	Cf. Shannahan <i>et al.</i> , 2011a. Echantillon fractionné (PM _{2,5}) d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS).	Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Shannahan <i>et al.</i> 2012c	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	Cf. Shannahan <i>et al.</i> , 2011a. Echantillon fractionné (PM _{2,5}) d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS).	Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Shannahan <i>et al.</i> 2012d	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	Cf. Shannahan <i>et al.</i> , 2011a. Echantillon fractionné (PM _{2,5}) d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS).	Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Pacella <i>et al.</i> 2012	<i>In vitro</i> / Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549)	1/ Trémolite « Ala di Stura » (Piedmont, Italie). 2/ Trémolite « Mt Rufeno » (Latium, Italie). 3/ Trémolite « Castellucio » (Basilicata, Italie). 4/ Trémolite « Maryland » (USA). 5/ Crocidolite UICC. Les caractéristiques dimensionnelles ne sont pas détaillées.	Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Cyphert <i>et al.</i> 2012a	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	Fractions inhalables (PM _{2,5}) : 1/ Echantillon de LA (Libby, USA). Longueur moyenne = 1,9 µm, diamètre moyen = 0,39 µm, rapport d'allongement moyen = 6,4. 2/ Echantillon de ferroactinolite (Ontario, Canada). Longueur moyenne = 1,1 µm, diamètre moyen = 0,4 µm, rapport d'allongement moyen = 3,1. 3/ Chrysotile (Sumas mountain, Washington). Longueur moyenne = 2,0 µm, diamètre moyen = 0,31 µm, rapport d'allongement moyen = 12,1.	Cette étude est pertinente dans la mesure où l'échantillon de ferroactinolite est qualifié de « fragments de clivage ». Détermination de l'effet inflammatoire, la toxicité pulmonaire (protéines et enzymes cellulaires) et la fibrose, 1 jour et 3 mois après injection intra-trachéale (0,5mg/rat ou 1,5mg/rat). Les effets paraissent dépendants des caractéristiques dimensionnelles des fibres et de

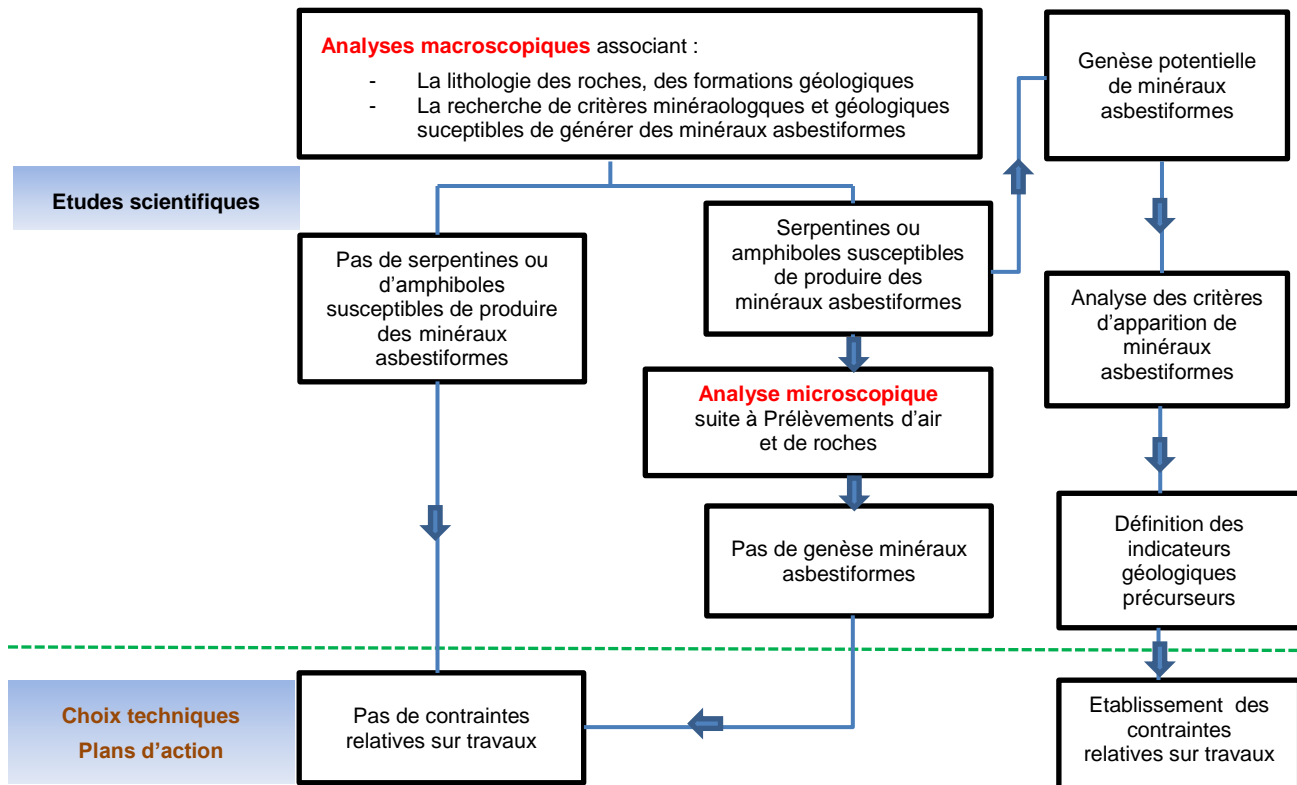
Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
		4/ Trémolite (El Dorado, Californie). Longueur moyenne = 0,9 µm, diamètre moyen = 0,42 µm, rapport d'allongement moyen = 2,6. Pour la ferroactinolite, les particules étaient qualifiées de fragments de clivage	leur nombre, mais la caractéristique « fragments de clivage » de l'échantillon de ferroactinolite n'est pas déterminante pour expliquer les effets biologiques, du moins dans ce contexte de réponse fibrosante, dans une étude à court terme.
Cyphert <i>et al.</i> 2012b	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	1/ Echantillon d'amphiboles de Libby (LA) (US Geological Survey, USGS). Longueur moyenne = 1,87 µm, diamètre moyen = 0,29 µm. 2/ Amosite (Research Triangle Institute (NC)). Longueur moyenne = 2,73 µm, diamètre moyen = 0,28 µm.	Etude des effets inflammatoires et pathologiques après 1 et 2 ans. Les résultats montrent que les deux types d'échantillons sont susceptibles de provoquer un effet fibrogénique et l'activation de facteurs en relation avec le mésothéliome. Il n'a pas été observé de processus néoplasique dans cette étude. Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Salazar <i>et al.</i> 2012	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	1/ Echantillon fractionné (PM _{2.5}) d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS) (Cf. Shannahan <i>et al.</i> , 2011a). 2/ Amosite UICC.	Les auteurs ne rapportent pas d'effets pour les deux échantillons testés. Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Salazar <i>et al.</i> 2013	<i>In vivo</i> / Instillations intra-trachéales chez le rat	1/ Echantillon fractionné (PM _{2.5}) d'amphiboles de Libby provenant de 6 sites (LA 6 mix) (US Geological Survey, USGS) (Cf. Shannahan <i>et al.</i> , 2011a). 2/ Amosite UICC.	Etude de réaction auto-immune : évaluation d'anticorps antinucléaires (ANA). Une augmentation des ANA est observée avec les deux types de fibres. Ces résultats ne sont pas informatifs par manque de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.
Pugnali <i>et al.</i> 2013	<i>In vitro</i> / Cellules épithéliales alvéolaires humaines	1/ Trémolite (Italie) 2/ Crocidolite UICC. Les auteurs indiquent que les échantillons de trémolite ne sont pas des fragments de clivage. Les images de microscopie fournies vont dans ce sens.	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Dodson et Levin, 2013			Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
Donaldson <i>et al.</i> 2013			Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Barlow <i>et al.</i> 2013			Revue de la littérature sur les mécanismes d'action des fibres minérales. Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Williams <i>et al.</i> 2013			Revue de la littérature sur les études toxicologiques et épidémiologiques relatives aux effets sanitaires des amphiboles asbestiformes et non asbestiformes. Les études citées ont été revues par le groupe de travail. Les auteurs évoquent un risque très supérieur des particules asbestiformes, mais sans écarter une toxicité des particules non asbestiformes. Il n'y a pas de données de comparaison disponibles entre fibres et fragments de clivage.
Aierken <i>et al.</i> 2014	<i>In vivo</i> / injections intra-péritonéales chez le rat	1/ Trémolite (Yamaga City, Kumamoto, Japon). 50 % des particules ont un diamètre inférieur à 0,5µm épaisseur et 90 % des particules ont une longueur inférieure à 20 µm. 2/ Anthophyllite (Afghanistan). La majorité des particules à un diamètre supérieur à 1 µm et une longueur supérieure à 20 µm.	Cette étude n'apporte pas d'éléments sur les fragments de clivage.
Kodavanti <i>et al.</i> 2014	<i>In vivo</i> / Instillation intra-trachéales et inhalation chez le rat	Fractions inhalables (PM _{2,5}) (cf. Cyphert <i>et al.</i> , 2012a): 1/ Echantillon de LA (Libby, USA). 2/ Echantillon de ferroactinolite (Ontario, Canada). 3/ Chrysotile (Sumas mountain, Washington). 4/ Trémolite (El Dorado, Californie). Pour la ferroactinolite, les particules étaient qualifiées de fragments de clivage.	Cette étude est pertinente dans la mesure où l'échantillon de ferroactinolite est qualifié de « fragments de clivage ». Détermination de l'effet inflammatoire, la toxicité pulmonaire (protéines et enzymes cellulaires) et la fibrose, 1 jour et 3 mois après injection intra-trachéale (0,5mg/rat ou 1,5mg/rat). Comme pour l'étude de Cyphert <i>et al.</i> , 2012a, les effets paraissent dépendants des caractéristiques dimensionnelles des fibres et de leur nombre, mais la caractéristique « fragments de clivage » de l'échantillon de ferroactinolite n'est pas déterminante pour expliquer les effets biologiques, du moins dans ce contexte de réponse fibrosante, dans une étude à court terme.
Duncan <i>et al.</i> 2014	<i>In vitro</i> / Cellules épithéliales bronchiolaires humaines	1/ Echantillon d'amphiboles de Libby (LA) collecté en 2000. Longueur moyenne = 3,7 µm, diamètre moyen = 0,36 µm, rapport d'allongement moyen = 12,8. 2/ Echantillon d'amphiboles de Libby (LA) collecté en 2007. Longueur moyenne = 2,3 µm, diamètre moyen = 0,36 µm, rapport d'allongement moyen = 8,4. 3/ Amosite (RTI). Longueur moyenne = 6,4 µm, diamètre moyen	Etude de la production d'IL-8 par les cellules épithéliales primaires humaines. L'échantillon d'amosite RTI est plus actif à masse équivalente, mais l'expression des données par rapport à la surface ou à la somme des longueurs des particules allongées (L/D ≥ 3) normalise la différence. Cela suggère que ces métriques

Référence	Type d'étude / Protocole	Particules minérales testées, description (ex : critères dimensionnels), origine	Commentaires et intérêt pour la saisine
		= 0,44 m, rapport d'allongement moyen = 16,9. 4/ Amosite (UICC). Longueur moyenne = 2,1 µm, diamètre moyen = 0,43 m, rapport d'allongement moyen = 5,6.	contribuent à la pathogénicité. Cet article est utile pour la comparaison des toxicités des échantillons de LA et d'amosite.
Ballan <i>et al.</i> 2014	<i>In vitro</i> / Lignées cellulaires alvéolaires humaines (A549)	Fluoroédénite (Biancavilla, Italie, Department of Earth Science "La Sapienza" University, Rome).	Il s'agit d'une synthèse des études <i>in vitro</i> de Travaglione <i>et al.</i> 2003 et 2006 et des études <i>in vivo</i> de Sofritti <i>et al.</i> 2004 et Belpoggi <i>et al.</i> , 2011. En revanche, cette étude n'apporte pas d'information sur les fragments de clivage.
Cyphert <i>et al.</i> 2015	<i>In vivo</i> / Instillation intra-trachéales chez le rat	Cf. Cyphert <i>et al.</i> , 2012b. 1/ Echantillon d'amphiboles de Libby (LA) (US Geological Survey, USGS). Longueur moyenne = 1,87 µm, diamètre moyen = 0,29 µm. 2/ Amosite (Research Triangle Institute (NC)). Longueur moyenne = 2,73 µm, diamètre moyen = 0,28 µm.	Les deux types de fibres ont un potentiel pour induire des effets pathologiques à long terme. Cet article est utile pour la comparaison des toxicités des échantillons de LA et d'amosite mais ne fournit pas de données sur les caractéristiques morphologiques des particules testées.

*Cellules trachéales d'hamsters (HTE) et cellules mésothéliales pulmonaires de rats (RPM).

Annexe 10 : Projet de logigramme concernant les modalités de surveillance et de métrologie de l'amiante lors de travaux souterrains (BRGM, CARSAT Rhône-Alpes, INRS)



Conditions d'analyses et prélèvements :

- Analyse macroscopique et lithologique des roches des formations géologiques et critères minéralogiques

Elles seront effectuées simultanément dès la phase de conception et poursuivies en phases de préparation/réalisation par :

- une analyse de la carte géologique du BRGM et niveaux d'aléas amiante (si édités), (ne concerne que l'échelle 1/50 000 et non celle du projet)
- une analyse de l'historique du site (travaux, ouvrages existants, rapports...)
- des géologues/pétrographes (connaissances en roches magmatiques et cristallophylliennes)
- des forages associés à des prélèvements avec analyses de lames minces au microscope polarisant

- Prélèvements et Analyse microscopique (suite à l'analyse macroscopique):

Ils seront effectués simultanément dès la phase de conception et poursuivis en phases de préparation/réalisation:

- par analyses de roches au META,

- et par prélèvements et analyses d'air (dans le cas d'ouvrages existants; exemple des descenderies) et de roches en cas de travaux :
- conformément au GA X 46-033 (Stratégie), XP X 43-269 (Prélèvements individuels) et NF X 43-050 (Prélèvements d'ambiance et Analyses META)
- par opérateur de repérage et Organismes accrédités (LabRèf 28 et Programme 144 du COFRAC)

Notes





Agence nationale de sécurité sanitaire
de l'alimentation, de l'environnement et du travail

14 rue Pierre et Marie Curie
94701 Maisons-Alfort Cedex

www.anses.fr

www.anses.fr / [@Anses_fr](https://twitter.com/Anses_fr)