

LIGNE DIRECTRICE DE L'OCDE POUR LES ESSAIS DE PRODUITS CHIMIQUES

Estimation des émissions issues de bois traité par un produit de préservation dans l'environnement : Méthode de laboratoire applicable aux articles en bois sans revêtement qui sont en contact avec de l'eau douce ou de l'eau de mer

INTRODUCTION

1. Les émissions dans l'environnement issues de bois traité par un produit de préservation doivent être quantifiées pour permettre une évaluation des risques pour l'environnement engendrés par le bois traité. Cette ligne directrice décrit une méthode de laboratoire permettant d'estimer les émissions issues de bois traité par des produits de préservation dans deux cas possible d'émission dans l'environnement:

- Les émissions issues de bois traité en contact avec de l'eau douce. Les émissions provenant de la surface du bois traité pourraient pénétrer dans l'eau.
- Les émissions issues de bois traité en contact avec de l'eau de mer. Les émissions provenant de la surface du bois traité pourraient pénétrer dans l'eau de mer.

2. Cette ligne directrice a pour objet l'analyse des émissions issues du bois et des articles en bois sans revêtement qui sont en contact avec de l'eau douce ou de l'eau de mer. Les classes d'emploi, utilisées au niveau international, déterminent des catégories de dangers biologiques suscités par les articles traités. Les classes d'emploi définissent également les cas dans lesquels l'article traité est utilisé et délimitent les compartiments environnementaux (air, eau, sol) soumis à un risque potentiel par le bois traité par un produit de préservation.

3. La méthode est un protocole de laboratoire permettant d'obtenir des échantillons (milieu d'émission) dans l'eau utilisée pour immerger un bois traité, après des délais croissants d'exposition. La quantité d'émissions dans le milieu d'émission est corrélée à la surface spécifique du bois et à la durée de l'exposition, afin d'estimer un flux en $\text{mg}/\text{m}^2/\text{jour}$. Le flux (taux de délavage) après des périodes d'exposition de plus en plus longues peut ainsi être estimé.

4. La quantité d'émissions peut être utilisée dans une évaluation des risques environnementaux engendrés par le bois traité.

REMARQUES PRELIMINAIRES

5. Il est vraisemblable que le mécanisme de délavage de la surface du bois par l'eau douce n'est pas de nature ni d'intensité identiques au délavage d'une surface de bois par de l'eau de mer. Par conséquent, il est nécessaire d'entreprendre une étude du délavage du bois par l'eau de mer applicable aux produits ou aux formulations de préservation utilisés pour traiter le bois employé dans un environnement d'eau salée.

© OCDE, (2007).

L'OCDE autorise l'utilisation de ce contenu pour usage personnel, dans un but non commercial sans autorisation préalable, sous réserve de mention de la source. Toute utilisation à but commercial doit faire l'objet d'une autorisation écrite préalable de l'OCDE.

6. Dans une étude de traitement par un produit de préservation du bois, le bois doit être représentatif des matériaux utilisés dans le commerce. Il doit être traité conformément aux instructions du fabricant du produit de préservation et dans l'observation des normes et spécifications appropriées. Les paramètres du conditionnement postérieur au traitement du bois et préalables à l'essai doivent être spécifiés.
7. Les échantillons de bois employés doivent correspondre aux produits utilisés (par exemple en termes d'espèce, de densité et d'autres caractéristiques).
8. L'essai peut être appliqué au bois par un procédé de pénétration ou par application superficielle ou à un bois traité soumis ensuite à un traitement de surface imposé complémentaire (par exemple une peinture dont l'application est exigée pour un usage commercial).
9. La composition, la quantité, le pH et l'état physique de l'eau sont des facteurs qui conditionnent la détermination de la quantité, de la teneur et de la nature des émissions issues du bois.

PRINCIPE DE LA METHODE

10. Les échantillons expérimentaux de bois traités par un produit de préservation sont immergés dans de l'eau. L'eau (milieu d'émission) est recueillie et soumise à une analyse chimique répétée à plusieurs reprises au cours de la période d'exposition, de façon à permettre l'analyse statistique. Les taux d'émission en mg/m²/jour sont calculés à partir des résultats analytiques. Les périodes de prélèvement des échantillons doivent être notées. Il est possible d'interrompre les essais sur échantillons non traités si aucune valeur de base n'a été détectée sur les trois premiers points de résultats.
11. L'inclusion dans l'étude d'échantillons de bois non traités permet la détermination des niveaux de base des produits émis par le bois autres que le produit de préservation utilisé.

CRITERES DE QUALITE

Exactitude

12. L'exactitude de la méthode d'estimation des émissions dépend de la représentativité des échantillons expérimentaux par rapport au bois traité du commerce, de la représentativité de l'eau par rapport à de l'eau réelle et de la représentativité du régime d'exposition par rapport aux conditions naturelles.
13. L'exactitude, la précision et la répétabilité de la méthode analytique doivent être déterminées avant la mise en œuvre de l'essai.

Reproductibilité

14. La valeur moyenne est calculée à partir de trois échantillons d'eau prélevés et analysés et elle est considérée comme valeur d'émission. La reproductibilité des résultats au sein d'un laboratoire et entre différents laboratoires dépend du dispositif d'immersion et du bois utilisé pour les échantillons expérimentaux.

Intervalle de résultats acceptable

15. L'intervalle de résultats de cet essai est acceptable dès lors que les valeurs supérieures et inférieures diffèrent de moins d'un ordre de grandeur.

CONDITIONS EXPERIMENTALES

Eau

16. Modes de délavage dans l'eau douce : il est recommandé d'utiliser de l'eau désionisée (par exemple, ASTM D 1193 Type II) dans l'essai de délavage lorsque l'on cherche à évaluer un bois exposé à de l'eau douce. La température de l'eau doit se situer à 20°C +/- 2°C et les mesures de pH et de température de l'eau doivent être intégrées dans le rapport d'essai. L'analyse d'échantillons de l'eau employée, prélevés avant l'immersion des échantillons traités permet d'estimer les substances étudiées dans l'eau. Il s'agit d'un témoin permettant de déterminer les valeurs de base des substances qui seront ensuite chimiquement analysées.

17. Mode de délavage dans de l'eau de mer : Il est recommandé d'utiliser une eau de mer synthétique (par exemple, ASTM D 1141 Eau océanique substitut, sans métaux lourds) dans l'essai de délavage lorsqu'on cherche à évaluer un bois exposé à de l'eau de mer. La température de l'eau doit se situer à 20°C +/- 2°C et les mesures de pH et de température de l'eau doivent être intégrées dans le rapport d'essai. L'analyse d'échantillons de l'eau employée prélevés avant immersion des échantillons traités permet d'estimer les substances étudiées dans l'eau. Il s'agit là d'un témoin permettant de déterminer les valeurs de base des substances importantes.

Echantillons expérimentaux de bois

18. Pour la pleine efficacité de l'essai des produits de préservation du bois, l'espèce de bois doit être représentative des espèces habituellement utilisées. Les espèces recommandées sont *Pinus sylvestris* L. (pin sylvestre), *Pinus resinosa* Ait. (pin rouge d'Amérique), or *Pinus spp* (pin du sud). Des tests complémentaires peuvent être effectués sur d'autres espèces.

19. Il convient d'utiliser un bois à fil droit sans nœud et d'éviter les matériaux d'apparence résineuse. Le bois doit être représentatif d'un bois disponible dans le commerce. La source, la densité et le nombre des cernes annuels pour 10 mm doivent être notés.

20. Il est recommandé d'utiliser les échantillons expérimentaux de bois par groupes de cinq conformément aux blocs de taille de la norme EN 113 (dimensions 25 mm x 50 mm x 15 mm) avec des faces longitudinales parallèles au fil du bois, mais on peut cependant utiliser d'autres dimensions, par exemple 50 mm sur 150 mm sur 10 mm. L'échantillon doit être complètement immergé dans l'eau. Les échantillons doivent être constitués à 100 % d'aubier. Chaque échantillon est individuellement marqué de façon à pouvoir être identifié sur toute la durée de l'essai.

21. Tous les échantillons doivent être rabotés ou sciés, sans ponçage des surfaces.

22. Les groupes d'échantillons expérimentaux de bois utilisés pour l'analyse sont au nombre d'au moins cinq : trois groupes de spécimens sont traités par le produit de préservation, un groupe n'est pas traité et un groupe est réservé à l'estimation de la teneur en humidité après séchage à l'étuve des échantillons expérimentaux avant le traitement. Le nombre d'échantillons préparés doit permettre la sélection d'au moins trois groupes d'échantillons dont la rétention du produit de préservation a une valeur égale à la moyenne, à 5 % près, de l'ensemble des échantillons expérimentaux.

23. Tous les échantillons expérimentaux sont colmatés à l'extrémité par une substance qui empêche la pénétration du produit de préservation dans le fil d'extrémité ou empêche le délavage des échantillons par l'intermédiaire du fil d'extrémité. Lors de l'application de l'agent colmatant l'extrémité, il faut distinguer

les échantillons recevant une application superficielle de ceux soumis à des procédés de pénétration. Cet agent ne doit être appliqué avant le traitement que dans le cas d'une application superficielle.

24. Le fil d'extrémité doit rester ouvert lors des traitements par des procédés de pénétration. Par conséquent les échantillons seront colmatés à l'extrémité après la période de conditionnement. L'émission n'est estimée que pour la surface spécifique longitudinale. Il convient d'examiner les agents colmatants et de procéder à une nouvelle application, s'il y a lieu, avant le début du délavage, mais jamais après.

Récipient d'immersion

25. Le récipient est constitué d'un matériau inerte et ses dimensions permettent de contenir 5 échantillons de bois conformes à EN 113 dans 500 ml d'eau, le rapport surface spécifique au volume d'eau étant égal à 0,4 cm²/ml.

Assemblage des échantillons dans l'essai

26. L'assemblage qui soutient les échantillons expérimentaux permet le contact de toutes les surfaces exposées de l'échantillon avec l'eau.

PROTOCOLE DU TRAITEMENT DE PRESERVATION

Préparation des échantillons expérimentaux traités

27. La méthode de traitement de l'échantillon expérimental de bois par le produit de préservation conformément à l'essai est celle spécifiée pour ce produit, c'est-à-dire un procédé de traitement de pénétration ou un procédé d'application superficielle, par exemple un trempage, une pulvérisation ou un badigeonnage.

Produits de préservation appliqués par un procédé de traitement par pénétration

28. On prépare une solution du produit de préservation qui permet l'absorption ou la rétention spécifiée lorsqu'on l'applique à l'aide du procédé du traitement par pénétration. L'échantillon expérimental de bois est pesé et ses dimensions sont mesurées. Le procédé de traitement de pénétration doit être un procédé spécifié pour l'application du produit de préservation au bois dans l'objectif d'une utilisation dans la classe d'emploi 4 ou 5. L'échantillon est à nouveau pesé après traitement et la rétention du produit de préservation (kg/m³) est calculée par l'équation :

$$\frac{\text{Masse après traitement (kg)} - \text{Masse avant traitement (kg)}}{\text{Volume de l'échantillon expérimental (m}^3\text{)}} \times \frac{\text{Concentration de la solution (\% masse/masse)}}{100}$$

29. Il convient de noter qu'il est possible d'utiliser dans cet essai un bois d'œuvre traité dans une usine de traitement industriel (par exemple, par imprégnation sous vide). Les protocoles employés doivent être consignés et la rétention du matériau ainsi traité doit être analysée et enregistrée.

Produit de préservation appliqué par des procédés d'application superficielle

30. Les procédés d'application superficielle comprennent le trempage, la pulvérisation ou le badigeonnage des échantillons expérimentaux de bois. Le procédé et le taux d'application (par exemple litres/m²) sont ceux spécifiés pour l'application superficielle du produit de préservation.

31. Il convient de noter que dans ce cas également du bois d'œuvre traité dans une usine de traitement industriel peut être utilisé dans l'essai. Les protocoles employés doivent être consignés et la rétention du matériau ainsi traité doit être analysée et enregistrée.

Conditionnement des échantillons expérimentaux après traitement

32. Après traitement, il faut conditionner les échantillons expérimentaux traités conformément aux recommandations dispensées par le fournisseur du produit de préservation de l'essai, et en respectant les conditions portées sur l'étiquette du produit ou en respectant les pratiques de traitement habituelles dans l'industrie ou selon la norme EN 252.

Préparation et sélection des échantillons expérimentaux

33. Après le conditionnement qui suit le traitement, la rétention moyenne du groupe d'échantillons expérimentaux est calculée et trois groupes d'échantillons représentatifs dont la rétention est égale à la moyenne à 5 % près du groupe sont sélectionnés au hasard pour procéder à des mesures de délavage.

PROTOCOLE DES MESURES D'EMISSION DU PRODUIT DE PRESERVATION

Méthode par immersion

34. Les échantillons expérimentaux sont pesés et ensuite totalement immergés dans l'eau tandis que la date et l'heure sont enregistrées. Le récipient est couvert afin de réduire l'évaporation.

35. L'eau est remplacée aux intervalles suivants : 6 heures, 1 jour, 2 jours, 4 jours, 8 jours, 15 jours, 22 jours, 29 jours (note : il s'agit là de durées totales et non des intervalles entre les prélèvements). L'heure et la date du changement de l'eau et la masse d'eau recueillie dans le récipient sont consignées.

36. Chaque fois que l'eau est remplacée, un échantillon de l'eau dans laquelle a été immergé le groupe des échantillons expérimentaux est conservé à des fins d'analyses chimiques.

37. Le protocole d'échantillonnage permet le calcul d'une courbe de quantité d'émissions en fonction du temps. Il faut conserver les échantillons dans des conditions permettant de préserver l'analyte, par exemple dans un réfrigérateur à l'obscurité, afin de limiter la croissance microbienne dans l'échantillon avant son analyse.

MESURE DES EMISSIONS

Echantillons traités

38. L'ingrédient actif et/ou ses produits de dégradation ou de transformation appropriés, s'il y a lieu, sont chimiquement analysés dans l'eau collectée.

Echantillons non traités

39. La collecte de l'eau (milieu d'émission) dans ce système et l'analyse consécutive des substances lessivées à partir d'échantillons de bois non traité permet d'estimer le taux d'émission éventuel du produit de préservation par le bois non traité. La vitesse de changement du taux d'émission en fonction du temps peut être estimée par la collecte et l'analyse du milieu d'émission après des délais croissants d'exposition. Cette analyse constitue un moyen de contrôle permettant de déterminer les niveaux de base de la substance

d'essai dans le bois non traité pour confirmer l'absence de traitement préalable du bois source d'échantillons par le produit de préservation.

RESULTAT ET RAPPORT

Analyses chimiques

40. L'eau collectée est chimiquement analysée et les résultats de l'analyse sont exprimés en unités appropriées, par exemple, µg/l.

Rapport des résultats

41. Tous les résultats sont enregistrés. L'annexe présente un exemple de formulaire de relevé conseillé pour un groupe d'échantillons expérimentaux traités, et le tableau de synthèse permettant le calcul des valeurs moyennes d'émissions à chaque intervalle de prélèvement.

42. Le calcul du flux d'émissions quotidiennes en mg/m²/jour consiste à diviser la moyenne des trois mesures de trois expériences identiques par le nombre de jours d'immersion.

Rapport de l'essai

43. Le rapport de l'essai doit contenir au moins les informations suivantes :

- Le nom du fournisseur du produit de préservation soumis à l'essai ;
- Le nom ou le code spécifique et individuel du produit de préservation testé ;
- Le nom commercial ou courant du ou des ingrédients actifs, assorti d'une description générique des co-formulants (par exemple, co-solvant, résine) et la composition en % m/m des ingrédients ;
- La valeur pertinente de rétention ou de charge (en kg/m³ ou l/m², respectivement) spécifiée pour le bois employé au contact de l'eau ;
- L'espèce de bois utilisé, caractérisée par sa densité et sa vitesse de croissance en cernes pour 10 mm ;
- La charge ou la rétention du produit de préservation testé et la formule utilisée pour calculer la rétention, exprimée en l/m² ou kg/m³ ;
- La méthode d'application du produit de préservation, précisant le mode de traitement utilisé pour un procédé par pénétration, et la méthode d'application dans le cas d'un traitement superficiel ;
- La date d'application du produit de préservation ainsi qu'une estimation de la teneur en humidité des échantillons expérimentaux, exprimée en pourcentage ;
- Les protocoles de conditionnement employés, détaillant le type, les conditions et la durée ;
- L'indication de l'agent de colmatage d'extrémité employé et le nombre d'applications ;
- La notification de tout traitement consécutif du bois, par exemple, indication du fournisseur, du type, des caractéristiques et de la charge d'une peinture ;

- L'heure et la date de chaque événement d'immersion, la quantité d'eau utilisée pour l'immersion des échantillons expérimentaux lors de chacun de ces événements, et la quantité d'eau absorbée par le bois pendant l'immersion ;
- Toutes les variations modifiant la méthode décrite et tous les facteurs susceptibles d'influencer les résultats.

LITTERATURE

- 1) Norme Européenne, EN 84 - 1997. Produits de préservation du bois – Epreuve de vieillissement accéléré des bois traités avant essais biologiques - Epreuve de délavage.
- 2) Norme Européenne, EN 113/A1 - 2004. Produits de préservation du bois - Méthode d'essai pour déterminer l'efficacité protectrice vis-à-vis des champignons basidiomycètes lignivores - Détermination du seuil d'efficacité.
- 3) Norme Européenne, EN 252 - 1989. Essai de champ pour déterminer l'efficacité protectrice relative d'un produit de préservation du bois en contact avec le sol.
- 4) Norme Européenne, EN 335 - Partie 1 : 2006. Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois – Définition des classes d'emploi – Partie 1 : Généralités.
- 5) American Society for Testing and Materials Standards, ASTM D 1141 – 1998. Standard Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water, Without Heavy Metals. *Annual Book of ASTM Standards*, Volume 11.02.
- 6) American Society for Testing and Materials Standards, ASTM D 1193-77 Type II – 1983. Specifications for Reagent Water. *Annual Book of ASTM Standards*, Volume 11.01.

ANNEXE**Formulaire de relevé pour la Ligne directrice**

**Estimation des émissions issues de bois traité par un produit de préservation dans l'environnement :
méthode de laboratoire applicable aux articles en bois sans revêtement qui sont en contact avec de
l'eau douce ou de l'eau de mer.**

Site de l'essai	
Produit de préservation du bois	
Fournisseur du produit de préservation	
Nom ou code spécifique et individuel du produit de préservation	
Nom commercial ou courant du produit de préservation	
Co-formulants	
Rétention correspondant au bois utilisé au contact de l'eau	
Application	
Méthode d'application	
Date d'application	
Formule utilisée pour calculer la rétention :	
Protocole de conditionnement	
Durée du conditionnement	
Agent colmatant l'extrémité / nombre d'applications	
Traitement consécutif	s'il y a lieu
Echantillons expérimentaux	
Espèce de bois	
Densité du bois	(minimum .. valeur moyenne ... maximum)
Vitesse de croissance (cernes pour 10 mm)	(minimum ... valeur moyenne ... maximum)
Teneur en humidité	
Assemblages de l'essai*	Rétention (par exemple kg/m³)
Traité, x'	Valeur moyenne et écart type ou intervalle pour 5 échantillons
Traité, y'	Valeur moyenne et écart type ou intervalle pour 5 échantillons
Traité, z'	Valeur moyenne et écart type ou intervalle pour 5 échantillons
Non traité	
Variation par rapport aux paramètres de la Ligne directrice	Par exemple qualité de l'eau, dimensions des échantillons expérimentaux etc.

* x, y, z représentent les trois échantillons d'expériences identiques.

Durée	Echange d'eau	Masse de l'échantillon		Absorption d'eau		Echantillon d'eau				
		Traité (moyenne)	Non traité	Traité (moyenne)	Non traité		Eau de l'essai	x	y	z
	Date	g	g	g	g	no.	pH	pH	pH	pH
début										
6 h						1				
24 h						2				
2 j						3				
4 j						4				
8 j						5				
15 j						6				
22 j						7				
29 j						8				

Préparer des tableaux séparés pour chaque ingrédient actif

Durée	Echange d'eau	Résultats analytiques														
		Echantillons non traités			Echantillons traités											
		Concentration d'i.a. dans l'eau	Quantité émise	Taux d'émission	Concentration d'i.a. dans l'eau				Quantité émise				Taux d'émission			
					x	y	z	Moyenne	x	y	z	Moyenne	x	y	z	Moyenne
Date	mg/l	mg/m ²	mg/m ² /j	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/m ²	mg/m ²	mg/m ²	mg/m ²	mg/m ² /j	mg/m ² /j	mg/m ² /j	mg/m ² /j	
6 h																
24 h																
2 j																
4 j																
8 j																
15 j																
22 j																
29 j																

Note : Les résultats concernant le bois non traité peuvent être utilisés pour corriger les taux d'émissions des échantillons traités, et ils doivent par conséquent apparaître en premier et toutes les valeurs des échantillons traités sont des "valeurs corrigées". L'analyse initiale de l'eau peut également donner lieu à une correction.