



Décembre 2010

## Marche à suivre pour le prélèvement d'échantillons de bois usagé broyé



Fig. 1



Fig. 2

1. À l'aide d'une chargeuse sur pneus, on prélève env. 100 m<sup>3</sup> de matériel en différents endroits de l'amas, répartis sur toute sa surface (fig. 1), puis on le nivelle à une hauteur de 2 m sur une surface consolidée (fig. 2). Cette étape est supprimée lorsqu'il s'agit d'échantillonner un amas dont le volume est d'environ 100 m<sup>3</sup> ou moins.
2. En cinq endroits de l'amas nivelé, on prélève du matériel à l'aide du grappin (capacité env. 1 m<sup>3</sup>) jusqu'à une profondeur de 1 m, et on forme avec ce matériel un amas distinct sur une base consolidée (volume total env. 5 m<sup>3</sup>, fig. 3). Puis on forme avec ce nouvel amas une meule plane allongée d'env. 0,3 m de haut sur 1 m de large (fig. 4).
3. Aux cinq mêmes endroits de l'amas nivelé, on prélève avec le grappin du matériel jusqu'au sol (2 m de profondeur); avec ce matériel, on forme également un amas (distinct de celui décrit au point 2; volume total env. 5 m<sup>3</sup>, fig. 3). Cet amas est également nivelé pour former une meule plane allongée d'env. 0,3 m de haut sur 1 m de large (fig. 4)



Fig. 3

4. À l'aide du godet, on prélève en 5 endroits de chacune des meules un total d'au moins 0,25 m<sup>3</sup> de matériel. Étant donné que des fractions fines se déposent sur le sol, il faut veiller à ce que le matériel soit prélevé sur toute la hauteur, c'est-à-dire jusqu'au sol. (fig. 5). Il est important d'opérer sur une base propre et stable. Pour le transport, l'échantillon total d'au moins 0,5 m<sup>3</sup> est versé dans une caisse métallique (baloxe) dont l'intérieur a été préalablement recouvert d'une feuille plastique afin d'éviter la perte des fractions fines, ou dans un conteneur souple (big bag, fig. 6).



Fig. 4

5. L'ensemble de l'échantillon (au moins 0,5 m<sup>3</sup>) est ensuite broyé jusqu'à une granulométrie de 1,5 cm à l'aide d'un broyeur fin (condition pour la réduction de l'échantillon).

#### Remarques:

- Le volume de l'échantillon dépend de la granulométrie du matériel. Pour du bois usagé décheté grossièrement en morceaux de 30-50 cm de long, ce volume sera de 0,5 m<sup>3</sup>. Il pourra être réduit pour du matériel plus fin:

Longueur max. en cm	Vol. échantillon en litres	Poids échantillon en kg
30-50	500	100
10-30	250	50
5-10	125	25
3-5	50	10
<3	25	5



Fig. 5

- Entreposage en conteneurs: les échantillons sont prélevés à diverses profondeurs à l'aide du grappin. S'ils sont prélevés sur des véhicules munis de fonds coulissants, il importe d'être attentif à ne pas faire descendre le grappin trop profondément afin d'éviter d'endommager ce fond. On peut procéder de la même manière pour les prélèvements d'échantillons à la frontière (sur des wagons ou des camions).



- Installations de combustion à bois usagé: si de telles installations disposent d'un silo accessible ou d'un bunker équipé d'un pont roulant, on peut opérer de la même façon que pour le prélèvement sur des places d'entreposage de bois usagé. Si l'accès au dépôt de bois n'est pas assuré, le prélèvement s'effectuera à l'endroit où le bois est chargé dans l'installation de combustion. À cet effet, il y a lieu de prévoir un orifice de prélèvement approprié. Le prélèvement de l'échantillon s'effectue sur une durée minimale d'une heure.

6. L'échantillonnage doit être documenté. La documentation doit au moins contenir la date de l'échantillonnage, la description de la charge analysée ainsi que le nom de la personne qui a prélevé les échantillons et sa signature, par laquelle elle garantit la régularité de l'échantillonnage.

# Annexe C: Préparation et analyse de l'échantillon

## Élaboration de l'échantillon de laboratoire et préparation de l'échantillon

- (1) L'ensemble de l'échantillon doit être décheté dans le laboratoire au moyen d'un broyeur. Par la méthode des quarts alternés et/ou à l'aide du réducteur à raffles, l'échantillon est ramené à la quantité nécessaire pour son traitement dans le broyeur de laboratoire (env. 0,5-1 kg).
- (2) Le broyage fin de l'échantillon s'effectue avec un broyeur à lames (<1 mm) et un broyeur à billes (<0,1 mm). Les broyeurs cryogéniques ne conviennent pas à cause du risque de contamination (abrasion de plomb).
- (3) L'échantillon de laboratoire à préparer pour l'analyse doit être sec à l'air. Le matériel humide doit être séché dans un endroit bien ventilé ou dans un séchoir (température maximale de séchage: 40 °C).
- (4) L'échantillon de laboratoire doit être divisé après séchage. Une moitié de celui-ci fera office d'échantillon de réserve. Celui-ci sera étiqueté avec la date et le numéro de l'analyse, et conservé au moins six mois.

La teneur en HAP doit être dosée conformément à l'aide à l'exécution de l'OFEV « Méthodes d'analyse pour échantillons solides et aqueux provenant de sites pollués et de matériaux d'excavation »<sup>1</sup>. La préparation et l'analyse des autres paramètres à mesurer (Annexe A) doivent être effectuées selon l'annexe IV de l'ordonnance allemande sur le bois usagé<sup>2</sup>. Des extraits de l'aide à l'exécution « Méthodes d'analyse pour échantillons solides et aqueux provenant de sites pollués et de matériaux d'excavation » et de l'ordonnance allemande sur le bois usagé sont exposés ci-après.

Les méthodes décrites pour les analyses sont des propositions. D'autres méthodes sont admises si leur équivalence est démontrée. C'est uniquement pour la détermination des teneurs en métaux lourds (arsenic, plomb, cadmium, chrome, cuivre, zinc, mercure) que la préparation doit obligatoirement se faire avec de l'eau régale.

Extrait de l'Annexe IV de l'ordonnance allemande relative au bois usagé<sup>3</sup>

### **1 Analyse de bois haché et de copeaux de bois**

#### **1.1 Détermination du taux d'humidité**

La détermination du taux d'humidité se fait selon DIN 52183 (édition de novembre 1977). Les résultats seront indiqués en pour-cent en poids.

#### **1.2 Détermination de la teneur en chlore et en fluor**

Les échantillons de déchets de bois broyés et secs à l'air sont traités par voie oxydative selon DIN 51727 (édition juin 2001). Les teneurs en chlorures et fluorures de la solution traitée

<sup>1</sup> Publication de l'OFEV « Méthodes d'analyse pour échantillons solides et aqueux provenant de sites pollués et de matériaux d'excavation », édition 2005

<sup>2</sup> Verordnung über Anforderungen an die Verwertung und Beseitigung von Altholz (Altholz-Verordnung), Bundesministerium für Umwelt, Berlin, 2002

<sup>3</sup> Verordnung über Anforderungen an die Verwertung und Beseitigung von Altholz (Altholz-Verordnung), Bundesministerium für Umwelt, Berlin, 2002

sont déterminées par chromatographie ionique selon DIN EN ISO 10304, partie 1 (édition avril 1995). Les résultats seront indiqués en milligrammes par kilogramme de masse sèche.

### 1.3 Détermination de l'arsenic, du plomb, du cadmium, du chrome, du cuivre, du zinc et du mercure

Les échantillons de bois usagé broyé et sec à l'air sont traités avec de l'eau régale selon DIN EN 13657 (projet d'octobre 1999). La mesure de la concentration des éléments de la solution s'effectue selon une des méthodes d'analyse suivantes:

Élément	Méthode(s) d'analyse
Arsenic	DIN EN ISO 11969 (édition novembre 1996)
Plomb	DIN 38406, partie 6 (édition juillet 1998) DIN EN ISO 11885 (édition avril 1998) DIN ISO 11047 (édition mai 1998)
Cadmium	DIN EN ISO 5961 (édition mai 1995) DIN EN ISO 11885 (édition avril 1998) DIN ISO 11047 (édition juin 1995)
Chrome	DIN EN 1233 (édition août 1996) DIN EN ISO 11885 (édition avril 1998) DIN ISO 11047 (édition juin 1995)
Cuivre, zinc	DIN 38406, partie 7 (édition septembre 1991) DIN EN ISO 11885 (édition avril 1998) DIN ISO 11047 (édition juin 1995)
Mercure	DIN EN 1483 (édition août 1997) DIN EN ISO 12338 (édition octobre 1998).

Les résultats seront indiqués en milligrammes par kilogramme de masse sèche.

### 1.4 Détermination du pentachlorophénol (PCP)

#### 1.4.1 Méthode

Le pentachlorophénol et ses sels sont extraits à l'aide de méthanol dans un bain à ultrason, puis, après acétylisation, dosés par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à capture d'électrons (GC-ECD). Cette méthode est applicable au dosage du PCP dans du bois broyé pour des concentrations comprises entre 0,1 et 100 mg/kg.

#### 1.4.2 Appareillage

- Bain à ultrason avec thermostat
- Chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à capture d'électrons et autosampler

#### 1.4.3 Produits chimiques et standards

- Méthanol pour l'analyse des résidus
- Cyclohexane et n-hexane pour l'analyse des résidus
- Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, déshydraté, granulé
- PCP en guise de standard en solution méthanolique
- 2,4,6-tribromophénol (TBP) en solution méthanolique en guise de standard interne 1 (ISTD 1)
- PCB 52 comme standard dans le cyclohexane en guise de standard interne 2 (ISTD 2)
- Anhydride acétique pour l'analyse
- Solution K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (0,1 mol/l)
- Sable de mer purifié

#### 1.4.4 Précautions et mesures à prendre pour préparer l'échantillon

##### 1.4.4.1 Nettoyage des instruments



	20 °C/min	8 °C/min
Température du four: 50 °C (1 min) .....	160 °C (0 min) .....	310 °C (5 min)
Température du détecteur:	350 °C	
Température de l'injecteur:	250 °C	
Mode d'injection:	split/splitless	
Gaz vecteur:	pression initiale H <sub>2</sub> (35 kPa)	
Gaz make-up:	N <sub>2</sub> (60 ml/min)	

Les mesures suivantes doivent être effectuées:

- Valeurs à blanc: appareils (cyclohexane pur)  
substances chimiques (exécution de tout le processus sans échantillon de bois)  
analyse d'un bois non contaminé
- Solutions d'étalonnage
- Extraits d'échantillons selon méthode de préparation décrite.

Pour garantir la qualité des résultats des analyses, il est nécessaire de vérifier constamment les taux de redondance du standard interne 1 acétylé (tribromophénol) par comparaison avec ceux du standard interne 2 (PCB 52).

## 1.4.7 Évaluation

### 1.4.7.1 Principe

Tout d'abord, il s'agit d'établir une droite d'étalonnage avec les solutions standards (voir chapitre 1.4.7.2); puis, on détermine la teneur en PCP dans un extrait d'échantillon au moyen de ces droites d'étalonnage (voir chapitre 1.4.7.3).

### 1.4.7.2 Calibrage sur l'ensemble du processus

Pour établir les droites d'étalonnage, on reporte le quotient de la surface du pic du standard de PCP acétylé à celle du TBP acétylé par rapport au quotient des concentrations correspondantes d'après l'équation suivante:

$$\frac{a_{PCP}}{a_{TBP}} = s \times \frac{C_{PCP}}{C_{TBP}} + b$$

où:

$a_{PCP}$	indicateur de la mesure du standard PCP acétylé (par exemple surface du pic)
$a_{TBP}$	indicateur de la mesure du standard TBP acétylé (par exemple surface du pic)
$s$	pente des droites d'étalonnage
$C_{PCP}$	concentration massique du PCP acétylé dans les solutions d'étalonnage en ng/ml
$C_{TBP}$	concentration massique du TBP acétylé dans les solutions d'étalonnage en ng/ml
$b$	ordonnée des droites d'étalonnage à l'origine

Calcul de la teneur en PCP:

La teneur en PCP dans l'échantillon de bois peut être déterminée d'après l'équation suivante tirée des droites d'étalonnage multipoints:

$$\text{teneur}_{PCP} = \frac{a_{PCP}/a_{TBP} - b}{s \times m} \times C_{TBP} \times f \times v : 1000$$

où:	
teneur <sub>PCP</sub>	teneur en PCP dans l'échantillon en mg/kg
c <sub>TBP</sub>	concentration massique du TBP dans l'extrait de l'échantillon en ng/ml
m	masse du bois utilisée pour l'extraction en g
a <sub>TBP</sub>	indicateur de la mesure du standard TBP dans l'extrait de l'échantillon (par exemple surface du pic)
a <sub>PCP</sub>	indicateur de la mesure du PCP analysé dans l'extrait de l'échantillon (par exemple surface du pic)
f	rapport du volume total de l'extrait au volume de l'aliquot utilisé pour la dérivation (par exemple 50 ml/2 ml = 25)
v	volume de la solution finale utilisée pour l'analyse en ml (par exemple 25 ml)
s	pente des droites d'étalonnage
b	ordonnée des droites d'étalonnage à l'origine

### 1.4.7.3 Présentation des résultats

Les résultats seront exprimés en milligrammes par kilogramme de masse sèche.

## 1.5 Dosage des polychlorobiphényles (PCB)

L'échantillon de déchet de bois broyé, sec à l'air, est extrait, après adjonction d'un standard interne, avec du n-hexane dans l'appareil de Soxhlet ou par un procédé d'extraction comparable. Les congénères de PCB contenus dans l'extrait sont libérés dans une large mesure des impuretés indésirables par des procédés de lavage appropriés, en particulier une combinaison d'une colonne de séparation d'acide benzènesulfonique avec une colonne de silicagel. La détermination des congénères du PCB (Ballschmiter n° 28, 52, 101, 138, 153, 180) s'effectue par chromatographie capillaire en phase gazeuse avec détecteur à capture d'électrons (ECD) en application de la norme DIN 38414, partie 20 (édition janvier 1996). La teneur totale en PCB est la somme des fractions massiques déterminées pour chacun des congénères du PCB, rapportée à la masse sèche de l'échantillon de bois usagé, multipliée par le facteur cinq et arrondie à 0,1 mg/kg.

Extrait de la publication de l'OFEV « Méthodes d'analyse pour échantillons solides et aqueux provenant de sites pollués et de matériaux d'excavation »

Remarque:

Les indications sous « Conservation et entreposage » et « Préparation des échantillons » ont été adaptées aux échantillons de bois.

## S-13 Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) des échantillons solides

<b>Paramètres</b>	Hydrocarbures aromatiques polycycliques: Acénaphène, acénaphylène, anthracène, benz(a)anthracène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(g,h,i)perylène, benzo(a)pyrène, chrysène, dibenz(a,h)anthracène, fluoranthène, fluorène, indéno(1,2,3-c,d)pyrène, naphthalène, phénanthrène, pyrène  (16 HAP selon EPA)
<b>Conservation et entreposage</b>	Pas de mesures particulières; transporter les échantillons dans des récipients étanches (baloxe recouvert d'une feuille plastique afin d'éviter la perte des fractions fines, ou dans un big bag)
<b>Préparation des échantillons</b>	Voir pages précédentes <b>Annexe C: Préparation et analyse des échantillons</b>

<b>Traitement des échantillons</b>	Extraction complète ASE, Soxhlet, Soxterm, liquide-liquide des échantillons humides ou séchés à l'air (le cas échéant, avec addition de sulfate de sodium) à l'aide d'un solvant approprié.
<b>Méthode de mesure</b>	GC-MS ou HPLC
<b>Expression de la teneur</b>	en mg/kg d'échantillon sec (105°C)  Teneur de chaque substance et teneur totale HAP = teneur totale des 16 HAP selon EPA 610
<b>Limite de quantification</b>	0,01 - 0,02 mg/kg Ms (pour chaque substance)  0,2 mg/kg (somme des 16 HAP)
<b>Bibliographie</b>	EPA 3541, 3545, 8270 <sup>4</sup>
<b>Autres méthodes</b>	Les méthodes d'extraction avec un rendement égal à celui obtenu au Soxhlet peuvent également être utilisées (p. ex. extraction à froid ou extraction par agitation).

<sup>4</sup> Environmental Protection Agency (EPA): SW-846 Series, Test methods for evaluating solid waste Physical/Chemical Methods; 1989

## Annexe D: Liste des abréviations concernant les lois et les ordonnances

CED	Catalogue européen des déchets (2000/532/CE) du 03 mai 2000, modifié les 16 janvier 2001 (2001/118/CE), 22 janvier 2001 (2001/119/ CE) et 23 juillet 2001 (2001/573/CE)
LEaux	Loi fédérale du 24 janvier 1991 sur la protection des eaux (RS 814.20)
LMod	Ordonnance du DETEC du 18 octobre 2005 concernant les listes pour les mouvements de déchets (RS 814.610.1)
LPE	Loi fédérale du 7 octobre 1983 sur la protection de l'environnement (RS 814.01)
OChim	Ordonnance du 18 mai 2005 sur la protection contre les substances et les préparations dangereuses (Ordonnance sur les produits chimiques, RS 813.11)
ODS	Ordonnance du 12 novembre 1986 sur les mouvements de déchets spéciaux (RS 814.610)
OEaux	Ordonnance du 28 octobre 1998 sur la protection des eaux (RS 814.201)
OMoD	Ordonnance du 22 juin 2005 sur les mouvements de déchets (RS 814.610)
OPair	Ordonnance du 16 décembre 1985 sur la protection de l'air (RS 814.318.142.1)
OPB	Ordonnance du 15 décembre 1986 sur la protection contre le bruit (RS 814.41)
ORRChim	Ordonnance du 18 mai 2005 sur la réduction des risques liés aux produits chimiques (RS 814.81)
OTD	Ordonnance du 10 décembre 1990 sur le traitement des déchets (RS 814.015)