

Rapport de préparation et de caractérisation des 4 échantillons de bois B

Bois B | 9041



Photographie de déchet de bois tirée du site www.praxy.fr

Table des matières

Table des tableaux.....	3
Table des figures	4
Fiche signalétique	5
1 Le contexte du projet.....	6
2 Les phases du projet.....	7
3 Préparation des 4 échantillons	8
1.1 Procédé de préparation des 4 échantillons	8
1.2 Résultats de la préparation des 4 échantillons	9
1.3 Remarques et corrections apportées à la préparation	11
4 Caractérisation des 4 échantillons de bois	11
1.4 Introduction à la caractérisation	11
1.5 Caractérisation physique	12
1.5.1 Quartage.....	12
1.5.2 Masse volumique en vrac.....	13
1.5.3 Absorption en eau	14
1.5.4 Analyse granulométrique	16
1.6 Caractérisation environnementale.....	22
1.6.1 Les exigences à respecter	22
1.6.2 Les résultats de lixiviation sur les 4 échantillons	25
1.7 Caractérisation de la chimie du végétal	29
1.7.1 Préparation des échantillons	29
1.7.2 Caractérisation des bois B par Py-GC-MS	29
1.7.3 Dosage du taux de lignines des résidus B par la méthode Klason	34
1.7.4 Proportion d'hemicellulose et de cellulose dans les 4 échantillons	35
5 Fiche synthétique de caractérisation des 4 échantillons.....	37

Table des tableaux

Tableau 1 : Phases du projet et livrables associés	7
Tableau 2 : Résultats de la masse volumique en vrac pour les 4 échantillons de bois B	13
Tableau 3 : Taux d'absorption en surface des copeaux et coefficient de cinétique d'absorption par capillarité	15
Tableau 4 : Analyses granulométriques par tamisage « Eco-Mobilier » et « Excoffier »	16
Tableau 5 : Analyse granulométrique par tamisage « Guyot Environnement » et « Valdelia »	17
Tableau 6 : Pourcentage massique de la fraction inférieure à 0,5 mm.....	18
Tableau 7 : Médiane de la largeur, de la longueur et du diamètre équivalent surface	19
Tableau 8 : 1 ^{er} paramètres - Seuils classe 3 et classe 2	23
Tableau 9 : 2 ^{ème} paramètres : classe 3 et classe 2	24
Tableau 10 : Tableau de résultats des analyses de lixiviation	25
Tableau 11 : Pourcentages relatifs des produits S et G issus de la pyrolyse de bois (% de la surface des pics correspondants sur le pyrogramme, avec %G+%S=100). Les données correspondent aux moyennes (et écart-type) entre triples ou doubles d'analyse.	32
Tableau 12 : Pourcentages relatifs des produits S et G issus de la pyrolyse de bois (% de la surface des pics correspondants sur le pyrogramme, avec %G+%S=100). Les données correspondent aux moyennes (et écart-type) entre triples ou doubles d'analyse	33
Tableau 13 : Taux de lignine des échantillons RB (dosage sous forme de lignine acido-insoluble ou lignine Klason LK). Moyenne (et écart-moyen) entre doubles.....	34
Tableau 14 : Proportion d'hemicellulose (fructose, arabinose, rhamnose, galactose, glucose, xylose et mannose).....	35
Tableau 15 : Proportion de cellulose dans les 4 échantillons.....	36
Tableau 16 : Fiche synthétique de caractérisation des 4 échantillons de bois B.....	37

Table des figures

Figure 1 : Organigramme de procédé de préparation des échantillons de déchets de bois B	8
Figure 2 : Résultat de la préparation de l'échantillons de bois B – « Guyot Environnement » 9	
Figure 3 : Résultat de la préparation de l'échantillon de bois B – « Excoffier ».....	9
Figure 4 : Résultat de la préparation de l'échantillon de bois B – « Eco-Mobilier »	10
Figure 5 : Résultat de la préparation de l'échantillon de bois B – « Valdélia ».....	10
Figure 6 : Photo de l'échantillonnage par quartage, réalisée à l'IMT Lille Douai, sur les 4 échantillons de bois B.	12
Figure 7 : Absorption en eau en fonction du temps (à l'échelle linéaire).....	14
Figure 8 : Absorption en eau en fonction du temps (à l'échelle logarithmique).....	15
Figure 9 : Analyse granulométrique par imagerie.....	19
Figure 10 : Aire en fonction du ratio largeur/longueur	21
Figure 11 : Principe de l'évaluation de la proportion conifère/feuillu dans un mélange de bois B et par pyrolyse analytique.	30
Figure 12 : Pyrogrammes (= chromatogrammes montrant la séparation des produits de pyrolyse) issus des échantillons EM, GE, VLD et EX. Les principaux pics associés à des produits G et S sont annotés. Dans l'encadrement, la comparaison de S01 et G05 confirme que l'importance relative de S est la plus élevée en EM et la plus faible en EX.	32
Figure 13 : Corrélation entre le % pondéral de conifère introduit dans un mélange (conifère+feuillu) et le % des produits S de pyrolyse issus de ce mélange. Le conifère est représenté par du bois d'épicéa et le feuillu par du bois de peuplier.	33

Fiche signalétique

Porteur du projet	
Société	PRAXY
Activité	Réseau national de PME régionales spécialisées dans le recyclage.
Adresse	24 rue de Chambray 37300 Joué-lès-Tours
Téléphone	02.47.76.12.34
Site internet	www.praxy.fr
Destinataire	Florence COLLOT
Email	florence.collot@praxy.fr
Téléphone	07 76 61 75 14
Prestataire du projet	
Société	Néo-Eco
Activité	Accompagnement des entreprises en création de boucle d'économie circulaire
Adresse	1 rue de la source 59320 Hallennes-Lez-Haubourdin
Téléphone	+33.3.20.10.31.18
Site internet	www.neo-eco.fr
Rédacteur du rapport	Céline VUYLSTEKER
Poste	Chef de projets
Email	cvuylsteker@neo-eco.fr
Téléphone	+33(0)6 71 64 57 40
Relecteur	Amine KADIRI
Poste	Responsable du pôle "économie circulaire" chez Néo-Eco
Email	akadiri@neo-eco.fr
Téléphone	+33(0)6 95 52 40 37
Document	
Objet du rapport	Rapport de préparation et de caractérisation des échantillons de bois B.
Date de remise	05/03/2019

1 Le contexte du projet

Le projet "Bois B" est porté par la société PRAXY, réseau national de PME régionales spécialisées dans le recyclage.

Actuellement, la société PRAXY récupère des déchets de bois B, destinés à la valorisation matière en panneaux de particules, et à la valorisation énergétique en chaufferie. En raison de la hausse de la collecte de bois B et de la baisse de la demande de la filière de fabrication de panneaux de particules, la principale de valorisation des déchets de bois B est actuellement saturée. Par ailleurs, la demande sociétale souhaite aller vers des produits verts et PRAXY monter en compétence dans ce domaine. Ces 3 facteurs sont à l'origine de ce projet, visant à la création d'un éco produit intégrant les déchets de bois B, pour élargir ainsi le spectre de valorisation de la filière.

Ainsi, l'objectif du projet « Bois B » est d'étudier la faisabilité technique, économique et environnementale de la formulation de l'écoproduit à partir de bois B et de DEA et de le développer au stade de démonstrateur.

Néo Eco, bureau d'ingénierie spécialisé dans la valorisation des déchets et la création écoproduits, accompagne la société PRAXY, dans la réalisation de cette étude d'élaboration d'écoproduits intégrant des déchets de bois B.

Les études sont réalisées sur des échantillons de bois B issus de provenance industrielle/BTP et de DEA (Eco-Mobilier et Valdelia), provenant des sociétés Excoffier Recyclage, membre du Réseau PRAXY en Savoie et Haute-Savoie et de Guyot Environnement, membre du Réseau PRAXY en région Bretagne.

2 Les phases du projet

Ce livrable est associé à la phase n°1.1 du projet, à savoir : « La préparation et la caractérisation des 4 échantillons de bois ».

Ce livrable expose le procédé de préparation des échantillons de déchet de bois B, les résultats de la préparation ainsi que les résultats des analyses de caractérisation obtenus pour chaque échantillon de bois préparé.

Tableau 1 : Phases du projet et livrables associés

Phases		Actions	Livrables
0	Tester en conditions réelles de préparation	Etude bibliographique	Etude bibliographique CR des sites visités Détermination et sélection des échantillons de travail
		RDV Praxy / Neo-Eco	
		Choix des sites pilotes par Praxy	
		Audits des 2 sites identifiés	
		Etude des process des 2 sites	
1.1	Préparation et caractérisation	Envoi et réception des 4 échantillons	Rédaction du rapport de préparation et caractérisation
		Broyage des 4 échantillons	
		Essais de caractérisations des 4 échantillons	
1.2	Choix de l'écoproduit	Proposition d'éco produits	Rendu sur les propositions d'éco produits
2	Développement de l'écoproduit	Formulation de l'éco-produit au laboratoire (déclinaisons sur les 4 échantillons)	Rapport de l'étude de formulation de l'écoproduit et des résultats des performances techniques de l'éco produit
		Essais des performances techniques de l'écoproduit	
3	Faisabilité environ.	Suivi normatif, environnemental et mécanique	. Rapport (protocole de suivi environnemental, résultats des analyses, prise en compte SSD)
FINAL		Rapport final	. Rédaction du rapport final

3 Préparation des 4 échantillons

1.1 Procédé de préparation des 4 échantillons

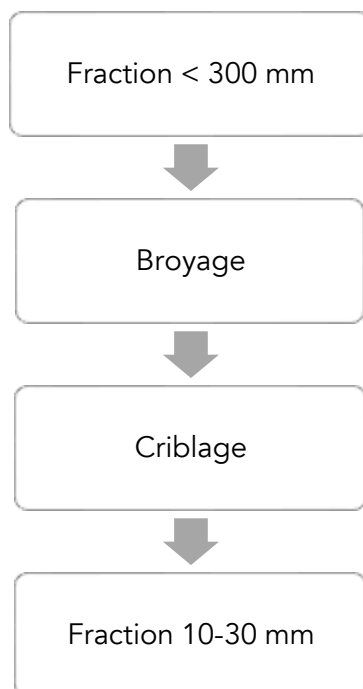
Les 4 échantillons de déchet de bois, sélectionnés dans les deux sites (Excoffier et Guyot Environnement), sont les suivants :

- 0/200mm Guyot Environnement (Bois B)
- 0/300 mm Excoffier (Bois B)
- 0/300 mm Excoffier (Eco Mobilier)
- 0/300 mm Bourgogne Recyclage (Valdelia)

Néo-Eco a réceptionné les 4 échantillons de bois et a sollicité la société Noreval pour réaliser la préparation des 4 échantillons de déchet bois.

Le procédé de préparation consiste en un broyage des échantillons afin obtenir des copeaux de bois. Ensuite, les échantillons passent dans un crible de 30 mm et dans un crible de 10 mm, pour obtenir des échantillons de fractions granulométriques théoriques de 10/30 mm.

Figure 1 : Organigramme de procédé de préparation des échantillons de déchets de bois B



1.2 Résultats de la préparation des 4 échantillons

Figure 2 : Résultat de la préparation de l'échantillon de bois B – « Guyot Environnement »



Figure 3 : Résultat de la préparation de l'échantillon de bois B – « Excoffier »



Figure 4 : Résultat de la préparation de l'échantillon de bois B – « Eco-Mobilier »



Figure 5 : Résultat de la préparation de l'échantillon de bois B – « Valdélia »



1.3 Remarques et corrections apportées à la préparation

Les fractions granulométriques réelles des échantillons de bois obtenus sont de 10/100mm environ. Du fait de leur morphologie, les copeaux de bois, de longueur supérieure à 30 mm, passent le crible de 30 mm dans la largeur. Or, les fractions granulométriques supérieures à 30 mm qui composent les échantillons ne peuvent pas être incorporées dans une formulation.

Néo-Eco a procédé à une correction du procédé de préparation du procédé de préparation, plus adapté que le précédent, à l'intégration de bois B dans un éco produit. Les 3 échantillons ont été broyés à nouveau pour obtenir des échantillons de fractions granulométriques 0/20 mm.

Lors de la première opération de préparation, l'échantillon « Eco-Mobilier » a été souillé par des déchets extérieurs à la plateforme (boisson, carton à pizza). Par soucis de représentativité du gisement initial, un nouvel échantillon a été envoyé par Excoffier chez Néo-Eco. Ce nouvel échantillon a été lui aussi broyé, de manière à obtenir un échantillon de fraction granulométrique 0/20 mm.

4 Caractérisation des 4 échantillons de bois

1.4 Introduction à la caractérisation

La caractérisation est une étape qui permet de créer une fiche technique exhaustive des échantillons de bois préparés, afin de pouvoir identifier son potentiel et les non conformités à dépasser lors de l'étude de formulation.

Les analyses de caractérisation effectuées sur les 4 échantillons de bois B sont les suivantes :

1. Caractérisation physique des échantillons de bois a été réalisée à l'IMT (Institut Mines Télécom) Lille Douai
 - Analyse granulométrie des échantillons de bois
 - Mesure de la masse volumique
 - Absorption et teneur en eau
2. Caractérisation environnementale :
 - Lixiviation : prestation du laboratoire SYNLAB.
3. Caractérisation de la chimie du végétale a été réalisé à l'INRA (Institut National de Recherche Agronomique) : proportion en hémicellulose, cellulose et en lignine.

Les analyses permettront d'élaborer 4 fiches techniques des déchets de bois B et de DEA préparés.

1.5 Caractérisation physique

Les essais de caractérisation physique menés sur les échantillons de bois à l'IMT Lille- Douai, s'appuient sur les protocoles et recommandations de la RILEM (Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériaux). Les membres du Comité Technique (TC 236-BBM) relatif aux bétons bio-sourcés ont publié un article relatif au protocole des essais suivants : méthodologie de quartage, teneur en eau initiale, densité apparente, absorption d'eau et granulométrie.

1.5.1 Quartage

Le quartage réalisé à l'IMT Lille Douai, a pour objectif de prélever les quantités nécessaires pour les caractérisations, qui soient représentatives des échantillons globaux initialement envoyés par les sociétés Guyot Environnement, Excoffier.Recyclage et Bourgogne Recyclage.

Figure 6 : Photo de l'échantillonnage par quartage, réalisée à l'IMT Lille Douai, sur les 4 échantillons de bois B.



1.5.2 Masse volumique en vrac

Pour la mesure de la masse volumique en vrac, les échantillons ont été mis en étuve à une température de 50°C, jusqu'à stabilisation de la masse.

La masse volumique en vrac mesurée correspond à la masse de l'échantillon sec divisé par l'addition du volume des copeaux de bois et des vides entre les copeaux.

Tableau 2 : Résultats de la masse volumique en vrac pour les 4 échantillons de bois B

	GE	EX	EM	VDL
Teneur en eau W (%)	13,2 ± 0,2	12,7 ± 0,1	10,1 ± 0,1	15,0 ± 0,1
Masse volumique en vrac ρ_{VRAC} (kg/m ³)	200 ± 4	177 ± 6	208 ± 5	178 ± 7

GE=Bois B Guyot environnement

EX= Bois B Excoffier Recyclage

EM= Bois B issus des DEA Eco-Mobilier (Excoffier Recyclage)

VDL= Bois B issus des DEA Valdélia (Bourgogne Recyclage)

Les 4 échantillons ont des masses volumiques en vrac similaires (de l'ordre de 200 kg.m⁻³).

On observe des variations de masse volumique entre les 4 échantillons de bois que l'on pourrait expliquer en remontant l'origine de chaque lot, relativement à la présence de bois contreplaqué, bois aggloméré, fonds de meuble, revêtements fibreux, panneaux de particules, etc. Les résultats de masse volumique et d'absorption d'eau sont corrélés avec la typologie des lots. Les échantillons contenant davantage de bois aggloméré semblent plus denses.

Pour chaque analyse de caractérisation physique, les résultats des échantillons de bois étudiés ont été comparés à ceux de la chènevotte. La chènevotte est la partie interne de la tige de chanvre. La chènevotte est soumise à une opération de traitement qui consiste en la séparation de la chènevotte, de la chènevis (partie externe de la tige), des fibres et des particules fines, pour être ensuite incorporée dans des produits de construction d'isolation thermique et acoustique. Des applications de bétons de remplissage et de bétons

préfabriqués à base de chaux et intégrant la chènevotte existent déjà sur le marché. Il est par conséquent intéressant de comparer les caractéristiques physiques de la chènevotte aux caractéristiques physiques des échantillons de bois étudiés.

Dans le cadre de la thèse de l'Université Blaise Pascal, C.Niyigena a mené une étude statistique sur 13 chènevottes différentes. Il obtient une masse volumique en vrac moyenne de $120 \pm 25 \text{ kg.m}^{-3}$.

Les échantillons de bois présentent un taux de porosité inférieur à celui de la chènevotte, ce qui explique que la masse volumique moyenne en vrac mesurée pour les échantillons de bois étudiés soit plus élevée que celle du chanvre.

1.5.3 Absorption en eau

Les graphiques ci-dessous présentent les résultats d'absorption massique en eau mesurés sur les 4 échantillons, au cours du temps. Le premier graphique est à l'échelle linéaire et le second graphique est à l'échelle logarithmique.

Figure 7 : Absorption en eau en fonction du temps (à l'échelle linéaire)

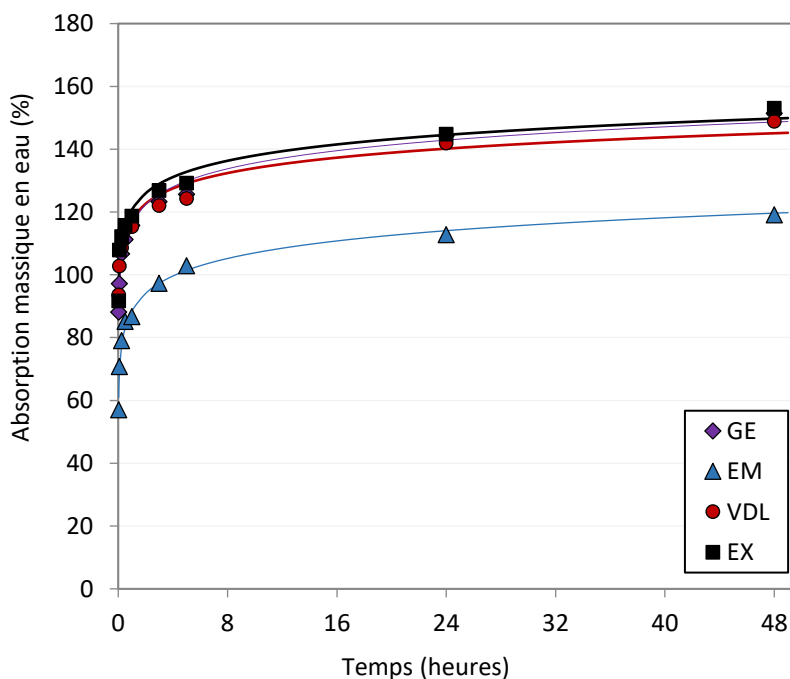


Figure 8 : Absorption en eau en fonction du temps (à l'échelle logarithmique).

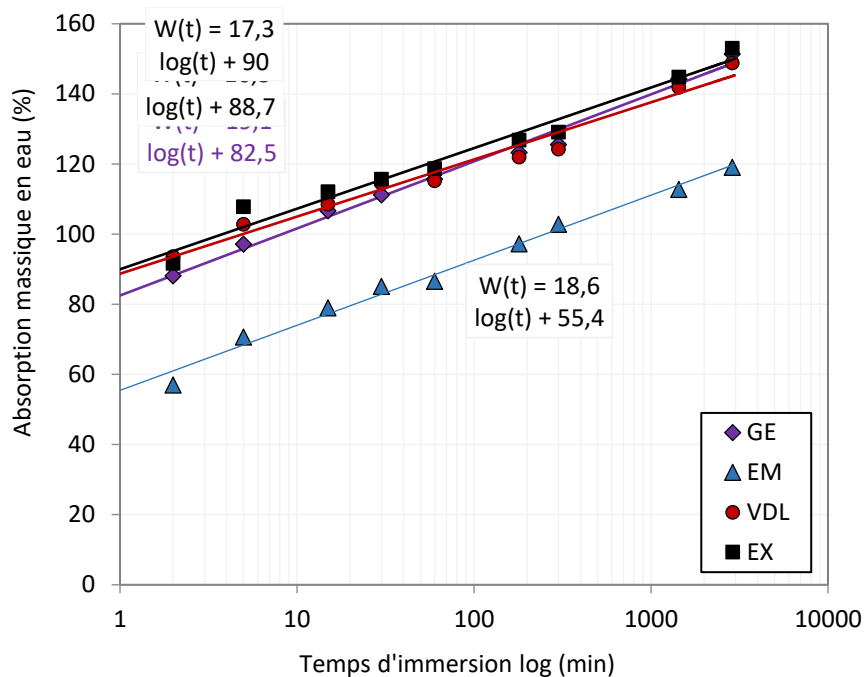


Tableau 3 : Taux d'absorption en surface des copeaux et coefficient de cinétique d'absorption par capillarité

	BOIS B				Chênevotte	
	GE	EX	EM	VDL	CH [1]	CH [2]
${}^1\text{IRA (W\% 1 min)}$	82,5	90	55,4	88,7	181,6	214
W% 48 h	151 ± 2	153 ± 1	119 ± 4	149 ± 1	353 ± 36	369 ± 29
${}^2C_A (\% \cdot [\log(\text{min})]^{-1})$	19,1	17,3	18,6	16,3	49,1	46,4

¹ Initial rate of absorption : adsorption en surface des copeaux

² Coefficient traduisant la cinétique d'absorption par capillarité

[1] C. Niyigena. Variabilité des performances de bétons de chanvre en fonction des caractéristiques de la chênevotte produite en Auvergne. Thèse de l'Université Blaise Pascal – Clermont-Ferrand II, 2016.

[2] V. Nozahic. Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant/végétal. Thèse de l'Université Blaise Pascal – Clermont-Ferrand II, 2012.

La cinétique d'absorption capillaire dans le temps (48 heures) est similaire pour les 4 lots.

En revanche, l'échantillon « Eco Mobilier » se démarque clairement des autres par son taux initial d'absorption (55% contre 80 à 90% pour les autres).

On peut expliquer le taux d'absorption par la surface spécifique du granulat (milieu divisé) ou à sa rugosité ou la présence de colles et matières synthétiques qui viennent contribuer à réduire l'adsorption en surface.

Le taux d'absorption après 48 h d'immersion est de 120% (pour « Eco Mobilier ») à 150% pour les autres lots.

En comparaison aux échantillons de bois étudiés, la chènevotte absorbe davantage en surface qu'à l'intérieur du copeau. En effet, d'après les résultats obtenus pour la masse volumique en vrac, les bois contenues dans les 4 échantillons sont plus denses que la chènevotte, ils comportent moins de pores. Les bois contenus dans les 4 échantillons ont donc une capacité d'absorption moins importante que celle du chanvre.

1.5.4 Analyse granulométrique

1.5.4.1 Analyse granulométrique par tamisage

Tableau 4 : Analyses granulométriques par tamisage « Eco-Mobilier » et « Excoffier ».




	Bois aggloméré & cartonné	Bois « grossier » type chènevotte	Mélange d'éléments fins (longueur < 3mm)
EM			



Tableau 5 : Analyse granulométrique par tamisage « Guyot Environnement » et « Valdelia »




	Bois aggloméré & cartonné	Bois « grossier » type chènevotte	Mélange d'éléments fins (longueur < 3mm)
GE	Très peu observé		
VDL	Peu observé		Faible proportion

Tableau 6 : Pourcentage massique de la fraction inférieure à 0,5 mm

	GE	EX	EM	VDL
Pourcentage massique de fraction <0,5 mm (%M)	10–12	< 4	10–12	< 4

L'échantillon « Eco-mobilier » présente une forte proportion de fractions fines et d'éléments de bois agglomérés et cartonnés. Il se caractérise également par la présence d'amas de fibres et de mousses. Cet échantillon peut s'avérer être plus délicat du point de vue de la formulation (taux de fines et poussières) mais reste un candidat intéressant pour l'application visée.

L'échantillon « Excoffier » est proche de l'échantillon « Valdélia » et s'apparente donc également à la granulométrie de la chènevotte avec une présence plus marquée de particules issues de bois agglomérés et cartonnés.

L'échantillon « Guyot Environnement » présente, au même titre que « Eco Mobilier », un taux important de poussières et d'éléments fins. Du reste, les plus grosses particules ont une morphologie proche de celle des chènevottes. On note toutefois une coloration plus foncée (caractéristique propre à ce lot).

L'échantillon « Valdélia » présente une proportion importante de bois « grossier » dont la morphologie est assez semblable à celle de la chènevotte de chanvre, peu de bois aggloméré et/ou cartonné et très peu d'éléments fins (longueur < 3 mm). L'échantillon Valdélia est celui qui se rapproche le plus de la granulométrie des chènevottes commerciales.

Les échantillons « Guyot Environnement » et « Eco Mobilier », présentent davantage de fines (inférieure à 0,5 mm) que les échantillons « Valdélia » et « Excoffier ».

1.5.4.2 Analyse granulométrique par imagerie

Figure 9 : Analyse granulométrique par imagerie

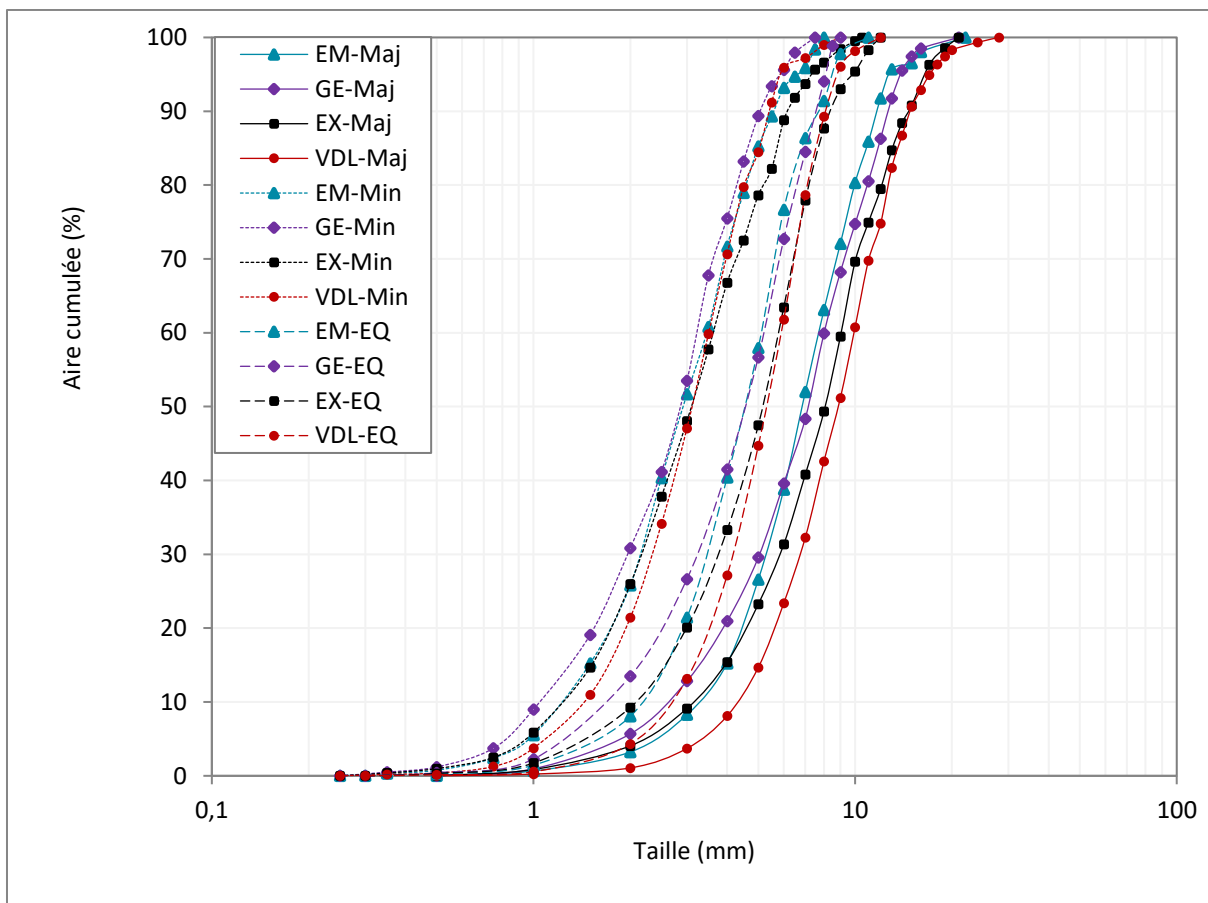


Tableau 7 : Médiane de la largeur, de la longueur et du diamètre équivalent surface

	Bois B				Chênevotte	
	GE	EX	EM	VDL	CH [1]	CH [3]
Maj50 (mm)	7	8	7	9	9	9,9
Min50 (mm)	3	3	3	3	2	2,7
EQ50 (mm)	4,5	5	4,5	5	4,2	5

Min: largeur

Maj: longueur

EQ: diamètre équivalent surface

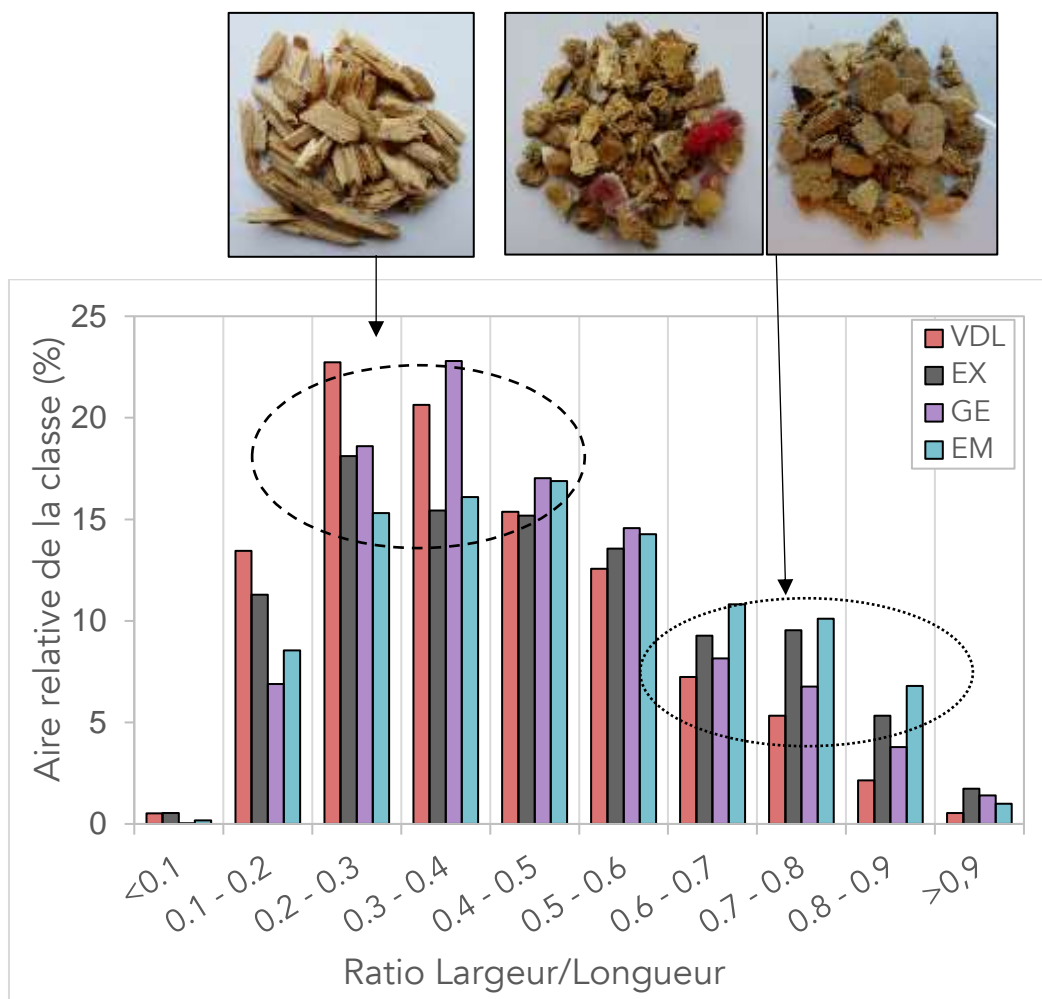
[1] C. Niyigena. Variabilité des performances de bétons de chanvre en fonction des caractéristiques de la chènevotte produite en Auvergne. Thèse de l'Université Blaise Pascal – Clermont-Ferrand II, 2016.

[3] M. Chabannes. Formulation et étude des propriétés mécaniques d'agrobétons légers isolants à base de balles de riz et de chènevotte pour l'éco-construction. Thèse de l'Université de Montpellier, 2015.

L'ensemble des échantillons présente une granulométrie distribuée sur la gamme 0/20 mm en longueur.

- La largeur médiane des particules issues des 4 lots est de l'ordre de 3 mm.
- La longueur médiane varie de 7 mm (« Guyot environnement » et « Eco Mobilier ») à 9 mm (« Valdélia »).
- Le diamètre pour une sphère de surface équivalente à la particule est d'en moyenne de 4,5 et de 5 mm.

Figure 10 : Aire en fonction du ratio largeur/longueur



La présence de bois agglomérés et cartonnés engendre la présence d'une population de particules à faible élancement (ratio largeur/longueur proche de 1) et cela est clairement visible pour les lots « Eco Mobilier » et « Excoffier ».

1.6 Caractérisation environnementale

Afin d'évaluer le caractère inerte ou non des échantillons de bois, des analyses sur lixiviat et la matière sèche sont réalisées. Elles ont pour but d'identifier le comportant des polluants et de mettre en évidence les risques de transfert.

1.6.1 Les exigences à respecter

Un déchet est considéré comme étant inerte lorsqu'il ne subit « aucune modification physique, chimique ou biologique importante, qu'il ne se décompose pas, ne brûle pas, ne produit aucune réaction physique ou chimique, n'est pas biodégradable et ne détériore pas les matières avec lesquelles il entre en contact d'une manière susceptible d'entraîner des atteintes à l'environnement ou à la santé humaine » (*Mangeant, 2017*).

Afin d'évaluer le caractère inerte ou non du bois, des analyses sur lixiviat et la matière sèche sont réalisées. Elles ont pour but d'identifier le comportant des polluants et de mettre en évidence les risques de transfert.

Les seuils présentés ci-dessous dans le tableau correspondent aux seuils d'admission en installation de stockage de déchets inertes (ISDI). Pour que la matière puisse être considérée comme étant inerte, elle doit respecter ces seuils ISDI fixés par l'arrêté du 12 décembre 2014¹

Critères à respecter pour l'acceptation de déchets non dangereux inertes soumis à la procédure d'acceptation préalable prévue à l'article 3

1^{er} paramètres à analyser lors du test de lixiviation et valeurs limites à respecter :

Le test de lixiviation à appliquer est le test normalisé NF EN 12457-2.

¹ Arrêté du 12 décembre 2014 NOR : DEVP1412523A relatif aux conditions d'admission des déchets inertes dans les installations de transit et de stockage de déchets inertes.

Composant	L/S = 10 l/kg	
	Matière sèche en mg/kg	
	Classe 3	Classe 2
As	0,5	2
Ba	20	100
Cd	0,04	1
Cr total	0,5	10
Cu	2	50
Hg	0,01	0,2
Mo	0,5	10
Ni	0,4	10
Pb	0,5	10
Sb	0,06	0,7
Se	0,1	0,5
Zn	4	50
Chlorures	800 (i)	15 000
Fluorures	10	150
Sulfates	1 000(*) (i)	20 000
Indice Phénols	1	10
COT sur éluat	500 (**)	800 (\$)
FS (fraction soluble)	4 000 (***) (i)	60 000 (\$\$)

Tableau 8 : 1^{er} paramètres - Seuils classe 3 et classe 2

(i) Si le déchet ne respecte pas au moins une des valeurs fixées pour le chlorure, le sulfate ou la fraction soluble, le déchet peut être encore jugé conforme aux critères d'admission s'il respecte soit les valeurs associées au chlorure et au sulfate, soit celle associée à la fraction soluble.

(*) Si le déchet ne respecte pas ces valeurs pour le sulfate, il peut encore être jugé conforme aux critères d'admission si la lixiviation ne dépasse pas les valeurs suivantes : 1 500 mg/l de C 0 à un ratio L/S = 0,1 l/kg et 6 000 mg/kg à un ratio L/S = 10 l/kg. Il est nécessaire d'utiliser un essai de percolation pour déterminer la valeur limite lorsque L/S = 0,1 l/kg dans les conditions d'équilibre initial ; la valeur correspondant à L/S = 10 l/kg peut être déterminée par un essai de lixiviation en bâchée ou par un essai de percolation dans des conditions approchant l'équilibre local.

(**) Si le déchet ne satisfait pas aux valeurs indiquées pour le carbone organique total sur éluat à sa propre valeur de pH, il peut aussi faire l'objet d'un essai avec un rapport L/S = 10 l/kg et un pH compris entre 7,5 et 8. Le déchet peut être jugé conforme aux critères d'admission pour le COT sur éluat si le résultat de cette détermination ne dépasse pas 500 mg/kg (un projet de méthode fondé sur la prénorme européenne n°14429 est disponible).

(***) Les valeurs correspondant à la fraction soluble (FS) peuvent être utilisées à la place des valeurs fixées pour le sulfate et le chlorure.

(\$) Si le déchet ne satisfait pas aux valeurs indiquées pour le carbone organique total sur éluat à sa propre valeur de pH, il peut aussi faire l'objet d'un essai avec un rapport L/S = 10 l/kg et un pH compris entre 7,5 et 8. Le déchet peut être jugé conforme aux critères d'admission pour le COT sur éluat si le résultat de cette détermination ne dépasse pas 800 mg/kg (un projet de méthode fondé sur la prénorme européenne n°14429 est disponible).

(\$\$) Les valeurs correspondant à la FS peuvent être utilisées à la place des valeurs fixées pour le sulfate et le chlorure.

2^{ème} paramètres à analyser en contenu total et valeurs limites à respecter

Outre les valeurs limites de lixiviation visées au point 1, les déchets doivent satisfaire aux valeurs limites supplémentaires figurant ci-dessous :

Paramètre	Valeur mg/kg de déchet sec	
	Classe 3	Classe 2
COT (Carbone Organique Total)	30 000 (*)	50 000 (**)
BTEX (Benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes)	6	30
PCB (Polychlorobiphényles 7 congénères)	1	50
Hydrocarbures (C10 à C40)	500	5 000
HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques)	50	100

Tableau 9 : 2^{ème} paramètres : classe 3 et classe 2.

(*) Pour les sols, une valeur limite plus élevée peut être admise par l'autorité compétente, à condition que la valeur limite de 500 mg/kg soit respectée pour le COT sur éluat pour L/S = 10 l/kg, soit au pH du sol, soit pour un pH situé entre 7,5 et 8,0.

(**) Pour les sols, une valeur limite plus élevée peut être admise par l'autorité compétente, à condition que la valeur limite de 800 mg/kg soit respectée pour le COT sur éluat pour L/S = 10 l/kg, soit au pH du sol, soit pour un pH situé entre 7,5 et 8,0.

1.6.2 Les résultats de lixiviation sur les 4 échantillons

Tableau 10 : Tableau de résultats des analyses de lixiviation

Paramètre	Unité	Classe 3 Seuils ISDI	Classe 2 Seuils ISDND	EX 1	VDL 1	GE 1	EX 2	VLD 2	GE 2	EM 1	EM 2
COT	mg/kg MS	30000	50 000	490000	480000	470000	480000	510000	530000	440000	430000
COMPOSES AROMATIQUES VOLATILS											
benzène	mg/kg MS			<0.06	<0.11	<0.07	<0.05	<0.06	<0.05	<0.05	<0.05
toluène	mg/kg MS			<0.09	<0.16	<0.11	0.25	<0.10	3.5	0.08	0.75
éthylbenzène	mg/kg MS			0.06	<0.11	<0.07	0.15	0.08	0.15	0.18	0.25
orthoxyène	mg/kg MS			<0.09	<0.16	<0.11	0.52	<0.10	<0.07	0.19	0.09
para- et métaxyène	mg/kg MS			<0.12	<0.22	<0.14	0.69	0.15	0.13	0.34	0.36
xylènes	mg/kg MS			<0.21	<0.38	<0.25	1.2	0.15	0.13	0.53	0.45
BTEX totaux	mg/kg MS	6	30	<0.30	<0.48	<0.35	1.6	<0.31	3.8	0.79	1.5
HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES											
naphtalène	mg/kg MS			0.16	0.13	0.54	0.17	0.21	0.51	0.10	0.19
acénaphtylène	mg/kg MS			<0.05	<0.05	0.33	<0.06	<0.05	0.28	<0.08	<0.03
acénaphtène	mg/kg MS			0.08	1.4	10	0.15	0.09	6.2	<0.08	0.06
fluorène	mg/kg MS			0.10	1.6	14	0.25	0.16	10	0.08	0.08
phénanthrène	mg/kg MS			0.52	11	100	1.8	1.2	59	0.60	0.65
anthracène	mg/kg MS			0.07	1.5	32	0.29	0.29	17	<0.08	0.07
fluoranthène	mg/kg MS			0.36	4.9	57	1.7	1.0	38	0.45	0.35
pyrène	mg/kg MS			0.22	2.7	33	1.1	0.63	21	0.28	0.21
benzo(a)anthracène	mg/kg MS			<0.05	0.77	8.8	0.17	0.19	5.6	0.11	0.05
chrysène	mg/kg MS			<0.05	0.62	7.5	0.15	0.16	4.7	<0.08	0.05
benzo(b)fluoranthène	mg/kg MS			0.06	0.34	3.5	0.07	0.14	2.6	<0.08	<0.03
benzo(k)fluoranthène	mg/kg MS			<0.05	0.15	1.5	<0.06	0.06	1.1	<0.08	<0.03
benzo(a)pyrène	mg/kg MS			0.05	0.21	1.8	<0.06	0.11	1.3	<0.08	<0.03

Paramètre	Unité	Classe 3 Seuils ISDI	Classe 2 Seuils ISDND	EX 1	VDL 1	GE 1	EX 2	VLD 2	GE 2	EM 1	EM 2
dibenzo(ah)anthracène	mg/kg MS			<0.05	<0.05	0.19	<0.06	<0.05	0.18	<0.08	<0.03
benzo(ghi)pérylène	mg/kg MS			<0.05	0.08	0.56	<0.06	<0.05	0.77	<0.08	0.03
indéno(1,2,3-cd)pyrène	mg/kg MS			<0.05	0.09	0.69	<0.06	<0.05	0.82	<0.08	<0.03
Somme des HAP (10) VROM	mg/kg MS	50	100	1.2	19	210	4.3	3.2	130	1.3	1.4
Somme des HAP (16) - EPA	mg/kg MS	50	100	1.6	25	270	5.9	4.2	170	1.6	1.7
POLYCHLOROBIPHENYLS (PCB)											
PCB 28	µg/kg MS			5.5	4.8	4.5	10	14	29	7.1	14
PCB 52	µg/kg MS			<2	4.2	10	<2	3.0	15	190	19
PCB 101	µg/kg MS			2.6	8.6	12	6.0	5.7	41	360	31
PCB 118	µg/kg MS			<2	9.2	14	3.0	5.8	61	260	23
PCB 138	µg/kg MS			<2	7.8	15	2.8	2.9	91	280	20
PCB 153	µg/kg MS			<2	8.3	16	3.3	3.6	54	190	19
PCB 180	µg/kg MS			<2	3.5	9.6	2.3	6.7	31	43	6.1
PCB totaux (7)	µg/kg MS	1000	50 000	<14	46	81	27	42	320	1300	130
HYDROCARBURES TOTAUX											
fraction C10-C12	mg/kg MS			11	29	130	78	280	160	<5	<5
fraction C12-C16	mg/kg MS			29	39	170	57	49	140	10	9.6
fraction C16-C21	mg/kg MS			26	56	310	38	44	230	87	90
fraction C21-C40	mg/kg MS			780	450	640	950	420	310	1400	1500
hydrocarbures totaux C10-C40	mg/kg MS	500	5 000	850	570	1300	1100	790	840	1500	1600
LIXIVIATION											
L/S	ml/g			10.01	10.01	10.03	10.04	10.04	9.99	10.01	10.01
pH final ap. lix.	-			6.37	6.58	5.52	6.16	5.29	5.05	5.27	5.29
température pour mes. pH	°C			19.7	19.9	19.9	19.6	19.4	18.3	19	18.9
conductivité (25°C) ap. lix.	µS/cm			497	518	495	479	372	483	666	683
ELUAT COT											
COD, COT sur éluat	mg/kg MS	500	800	8900	7100	6400	9000	7400	7000	7600	9000
ELUAT METAUX											
antimoine	mg/kg MS	0.06	0,7	<0.20	<0.39	<0.39	<0.039	<0.039	<0.039	<0.039	<0.039

Paramètre	Unité	Classe 3 Seuils ISDI	Classe 2 Seuils ISDND	EX 1	VDL 1	GE 1	EX 2	VLD 2	GE 2	EM 1	EM 2
arsenic	mg/kg MS	0.5	2	0.54	<0.40	1.1	0.22	0.07	0.71	<0.05	<0.05
baryum	mg/kg MS	20	100	0.60	0.98	0.60	0.46	0.63	0.56	0.98	0.91
cadmium	mg/kg MS	0.04	1	<0.011	<0.022	<0.022	<0.004	0.009	0.022	0.013	0.011
chrome	mg/kg MS	0.5	10	0.41	0.41	1.1	0.28	0.46	0.59	0.092	0.11
cuivre	mg/kg MS	2	50	1.7	0.93	2.9	1.7	2.6	2.7	1.00	1.1
mercure	mg/kg MS	0.01	0,2	<0.0005	<0.0005	0.002	<0.0005	<0.0005	0.0005	<0.0005	<0.0005
plomb	mg/kg MS	0.5	10	0.32	1.6	0.47	0.35	1.8	1.1	0.12	0.11
molybdène	mg/kg MS	0.5	10	<0.13	<0.25	<0.25	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
nickel	mg/kg MS	0.4	10	0.12	<0.20	0.23	<0.1	0.17	<0.1	<0.1	<0.1
sélénium	mg/kg MS	0.1	0,5	<0.20	<0.39	<0.39	<0.039	<0.039	<0.039	<0.039	<0.039
zinc	mg/kg MS	4	50	7.8	21	9.2	5.2	10	10	6.2	6.0
ELUAT COMPOSES INORGANIQUES											
fraction soluble	mg/kg MS	4000	60 000	20 100	16 700	15 100	20 800	16 600	16 800	20 500	20 800
ELUAT PHENOLS											
Indice phénol	mg/kg MS	1	10	2.7	0.50	0.30	17	0.80	0.85	4.5	4.1
ELUAT DIVERSES ANALYSES CHIMIQUES											
fluorures	mg/kg MS	10	150	<2	11	2.6	<2	11	<2	<2	<2
chlorures	mg/kg MS	800	15 000	180	230	400	170	210	390	450	490
sulfate	mg/kg MS	1000	20 000	332	400	403	327	250	428	827	812

Résultats des analyses de lixiviation :

D'après les résultats de lixiviation, les échantillons « Valdélia » et « Eco Mobilier » présentent des dépassements des seuils ISDI, mais ne présentent pas de dépassement des seuils ISDND.

L'échantillon « Excoffier » présente des dépassements des seuils ISDI et un dépassement du seuil ISDND en indice phénol. Seul un essai sur les deux, présente ce dépassement, il faudrait réaliser une 3^{ème} série d'analyses de lixiviation pour vérifier, si ce dépassement provient d'une erreur du laboratoire d'analyse, ou effectivement d'un dépassement du seuil ISDND en indice phénol.

L'échantillon « Guyot Environnement » présentent des dépassements des seuils ISDI et un dépassement du seuil ISDND en HAP pour les deux analyses réalisées.

Hypothèses sur les origines des dépassements des seuils ISDI relevés dans les analyses de lixiviation :

Le bois de classe B correspond à des déchets faiblement adjuvantés (panneaux, portes, bois d'ameublement, etc.). Les échantillons sont donc amenés à comporter des colles phénoliques, vernis, peintures, résines, produits de préservation, etc. Les adjuvants qui les composent peuvent contenir des métaux lourds.

- COT (Carbone Organique Total) proviennent du Carbone bio-sourcé naturel présent dans les copeaux de bois, la valeur relevée dans les analyses n'est donc pas significative.
- Les Hydrocarbures et les HAP (Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques) sont plutôt présents dans le bois de classe C traité à la créosote (ex : traverses de chemins de fer). La forte pollution de GE à cet égard pose question.
- Le Phénol provient des colles phénoliques présent dans le bois B, ces phénols peuvent provoquer d'émissions de composés organiques volatils COV. (Ce paramètre devra être pris en compte dans le suivi environnemental de l'éco produit pour s'assurer de l'innocuité environnemental de l'éco produit.
- Les métaux lourds proviennent des traitements appliqués.

Nous n'avons pas de recul ce jour sur l'effet du liant à base de chaux formulée. A l'issue de la phase de l'étude de formulation, des analyses de lixiviation seront à nouveau réalisées, cette fois ci, sur les éco-produits formulés. Les résultats de lixiviation réalisés sur les éco-produits formulés, seront comparés aux analyses de lixiviation réalisées sur ces 4 échantillons de bois. Suivant les résultats obtenus, des corrections pourront alors être apportées à la formulation de l'éco produit.

1.7 Caractérisation de la chimie du végétal

La composition chimique du bois, matériau hétérogène, est complexe. Le bois est composé de polysaccharides et de lignines. Les polysaccharides proviennent de la transformation, par photosynthèse, du dioxyde de carbone et de l'eau en oxygène et en glucides. Le bois est composé de trois bio-polymères : la cellulose, les hémicelluloses, la lignine, et de molécules libres organiques et inorganiques (extractibles). La proportion relative des différents constituants varie en fonction des essences de bois. Les hémicelluloses sont composées de cinq sucres : le glucose, le galactose, le xylose, l'arabinose, le mannose. Lorsque le bois est mélangé au liant, il est soumis à un milieu très alcalin : en particulier la cellulose et l'hémicellulose, qui peuvent conduire à la formation de sucres réduisant la prise du ciment. Ces essais de caractérisation ont été réalisés dans le cas d'une application cimentaire. Les résultats de la chimie du végétal pourraient expliquer le retard de la prise du ciment dans la formulation d'écoproduit bois B cimentaire.

Les analyses de chimie du végétal, réalisées sur les 4 échantillons de bois B, ainsi que la rédaction du rapport suivant, ont été réalisés par l'INRA (L'Institut National de la Recherche Agronomique).

1.7.1 Préparation des échantillons

Tri grossier pour éliminer quelques bouts de plastique et de verre (risque pour la lame du broyeur). Les copeaux semblent principalement constitués de bois brut, mais il y a aussi une part non négligeable de morceaux issus de panneaux de particules (agglomérés).

Prise d'essai de 2 grammes broyés au broyeur IKA A 10, 1 minute. Obtention d'une sciure fine (< 0.5 mm) soumise à extraction exhaustive par l'éthanol avant séchage à l'étuve.

Caractérisations planifiées sur le matériel extrait et sec ainsi obtenu :

- Dosage du taux de lignines (méthode gravimétrique de Klason)
- Dosage des sucres neutres présents dans les polysaccharides (hémicelluloses et cellulose).
- Caractérisation par pyrolyse couplée à la chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (Py-CPG-SM) pour évaluer la part de conifères et de feuillus dans les résidus de bois.

1.7.2 Caractérisation des bois B par Py-GC-MS

Principe

La pyrolyse analytique est employée pour caractériser des polymères synthétiques (plastiques, peintures...) ou des biopolymères (polymères des parois végétales). Son principe repose sur la dépolymérisation de ces polymères à température élevée (400°C ou plus) en l'absence de dioxygène (= pyrolyse). Les produits volatils issus de cette dépolymérisation sont

entraînés par un courant d'hélium et séparés par chromatographie en phase gazeuse sur une colonne capillaire. En sortie de colonne, ils sont identifiés par spectrométrie de masse (impact électronique) et par comparaison à une librairie de spectres de masse ou bien aux spectres de masse de composés authentiques disponibles au laboratoire. Le chromatogramme obtenu (appelé aussi pyrogramme) peut être considéré comme l'empreinte structurale des polymères qui ont généré les produits de pyrolyse.

Quand la pyrolyse est réalisée sur du bois, la majorité des produits volatils obtenus est issue de la pyrolyse des **lignines**, polymères phénoliques constitués majoritairement de 2 types d'unités phénylpropanes, les unités **guaiacyles G** (porteuses d'un groupe méthoxyle sur le cycle phénolique) et les unités **syringyles S** (porteuses de deux groupes méthoxyles sur le cycle phénolique).

Les lignines de bois de conifères (ou résineux) sont presque entièrement faites d'unités G (à plus de 98%, sauf cas très particulier du bois de réaction formé par un conifère pour redresser un tronc incliné). La pyrolyse de bois de conifère génère donc essentiellement des produits phénoliques de la série G.

Les lignines de bois de feuillus sont faites d'un mélange d'unités S et d'unités G avec un pourcentage d'unités S souvent supérieur à 60%. La pyrolyse de bois de feuillus génère donc un mélange de produits phénoliques G et de produits phénoliques S.

Dans le cas de bois en mélange, plus il y aura de feuillus, plus le pourcentage de produits de pyrolyse de la série S sera important. A contrario, plus il y aura de conifères, plus ce pourcentage sera faible.

On peut donc ainsi, par pyrolyse analytique, avoir une évaluation rapide de la proportion feuillus/conifères dans un mélange de bois.

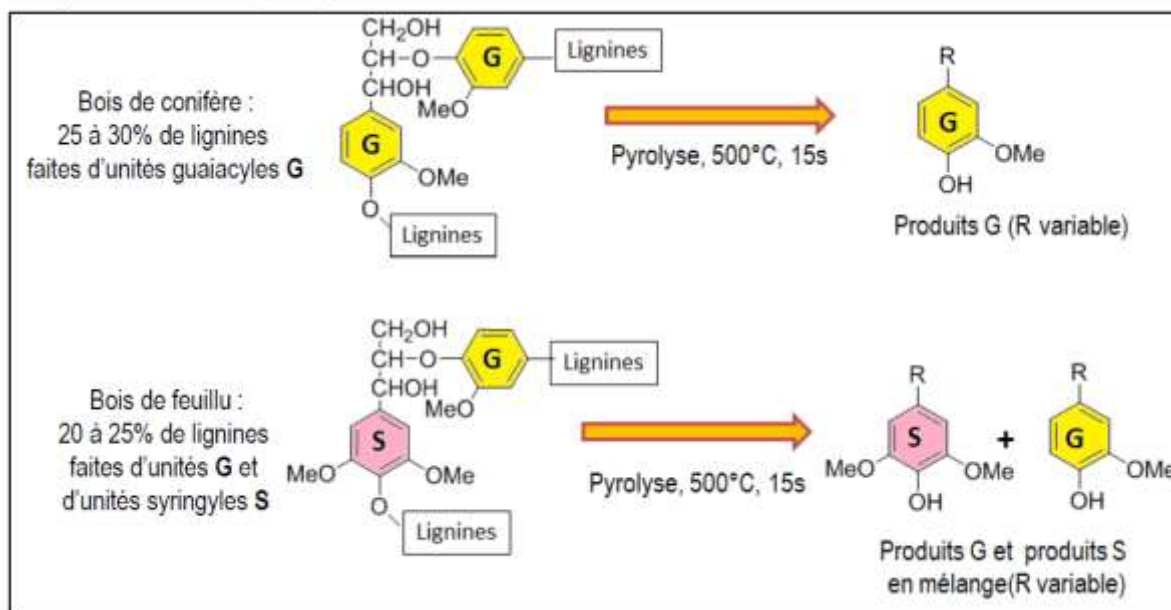


Figure 11 : Principe de l'évaluation de la proportion conifère/feuillu dans un mélange de bois B et par pyrolyse analytique.

Pourquoi s'intéresser à cette proportion? Car elle peut conditionner les propriétés d'usage des résidus B. Quelques exemples (non exhaustifs...)

Les fibres (= cellules très longues présentes dans le bois) de bois de conifère sont en moyenne 2 fois plus longues que celles de feuillus (2 mm contre 1 mm en moyenne). Elles constitueraient ainsi un meilleur renfort mécanique.

La densité des bois varie beaucoup avec leur origine botanique (mais il faudrait voir avec un forestier pour reconnaître les feuillus incorporés dans les résidus B) Cela va conditionner la masse volumique et les propriétés d'isolation phonique et thermique (voir avec un forestier).

Certains résineux sont assez riches en terpènes et sesquiterpènes (appelés acides « résiniques » tels que les acides abiétique, déhydroabiétique...). Ces petits composés hydrophobes peuvent migrer dans le ciment (alcalin) et influencer son séchage.

Méthode

Protocole rédigé en Anglais car extrait d'une de nos publications (Voxeur et al., 2017, Plos One)

The extractive-free cell wall samples were subjected to pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry analyses using a CDS model 5250 pyroprobe autosampler (CDS Analytical, Inc., Oxford, PA, USA) interfaced to an Agilent 6890/5973 gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS, Agilent

Technologies Inc, Bellevue, WA, USA). The samples were pyrolyzed in a quartz tube and at 500°C for 15 s, using helium as the carrier gas with a flow rate of 1 mL/min. The volatile pyrolysis products were separated on a GC capillary column (5% phenyl methyl siloxane, 30 m, 250 µm i.d., 0.25 µm film thickness, Model Agilent 19091S-433). The pyrolysis and GC-MS interfaces were kept at 280°C and the GC-MS was temperature-programmed from 40°C (1 min) to 130°C at 6°C/min, then from 130 to 250°C at 12°C/min and finally from 250 to 300°C at +30°C/min (3 min at 300°C). The MS was operated in the electron impact mode (70 eV) for m/z 40 to 450. The various phenolic pyrolysis compounds were identified by comparison to the spectra of authentic compounds or to published spectra.

Résultats

Les pyrogrammes révèlent des différences de proportions entre bois de feuillus et de conifères selon les échantillons. C'est dans l'échantillon EM que le pourcentage relatif de produits S est le plus élevé. Il est plus faible en échantillons notés GE et VLD et encore plus faible dans l'échantillon noté EX.

On peut en conclure le classement suivant pour l'importance des bois de feuillus

Proportion de bois de feuillus : EM > GE et VLD > EX

Ou à l'inverse, on a le classement suivant pour l'importance de la proportion de conifères

Proportion de bois de conifères EX > GE et VLD > EM EMGEVLDEX

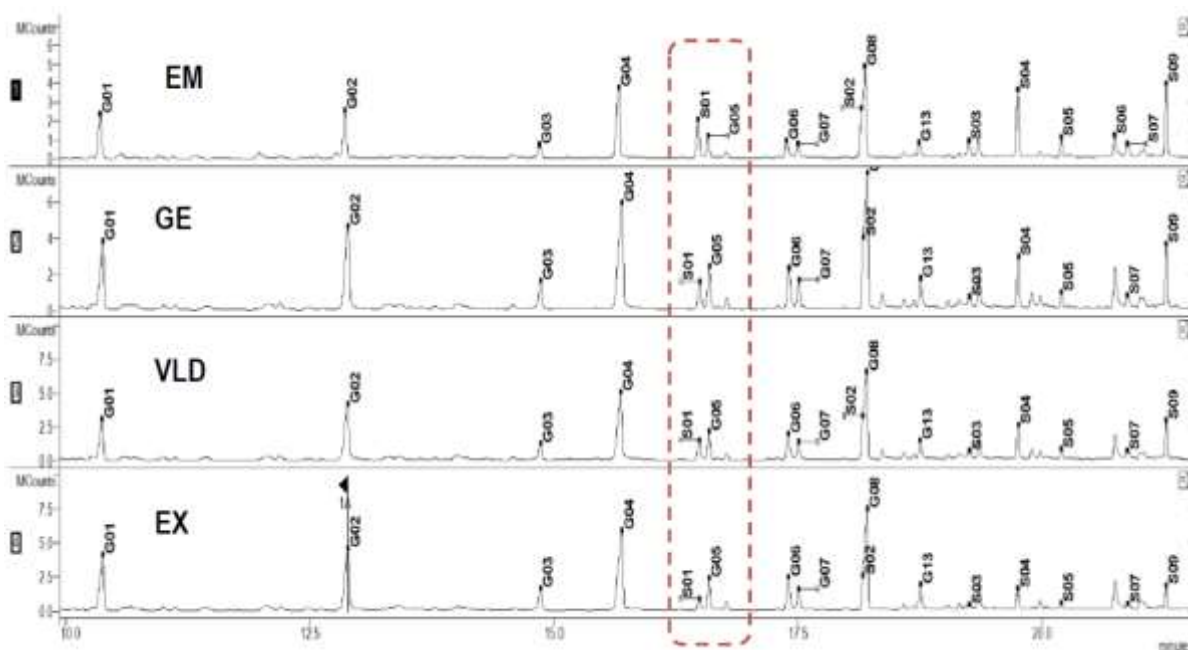


Figure 12 : Pyrogrammes (= chromatogrammes montrant la séparation des produits de pyrolyse) issus des échantillons EM, GE, VLD et EX. Les principaux pics associés à des produits G et S sont annotés. Dans l'encadrement, la comparaison de S01 et G05 confirme que l'importance relative de S est la plus élevée en EM et la plus faible en EX.

Le tableau 11 présente le pourcentage relatif de produits S et de produits G obtenus par pyrolyse des échantillons extraits à l'éthanol. Les analyses ont été réalisées en triple ou en double.

A titre de comparaison, les valeurs obtenues pour un bois de peuplier (cv I214) sont indiquées

Tableau 11 : Pourcentages relatifs des produits S et G issus de la pyrolyse de bois (% de la surface des pics correspondants sur le pyrogramme, avec %G+%S=100). Les données correspondent aux moyennes (et écart-type) entre triples ou doubles d'analyse.

Pourcentage	Peuplier I214	EM	GE	VLD	EX
% produits S	68.8 (1.3)	42.8 (3.5)	19.3 (2.4)	17.6 (2.4)	13.0 (3.0)
% produits G	31.2 (1.3)	57.4 (3.4)	80.7 (3.0)	82.4 (2.4)	87.0 (3.0)

Pour aller plus loin dans cette évaluation, nous avons fait des mélanges de bois d'épicéa (conifère) et de bois de peuplier en faisant varier le % pondéral de conifère de 0% (peuplier pur) à 90% et soumis ces échantillons à pyrolyse analytique. Nous avons ensuite déterminé la corrélation entre le % de conifère ajouté au mélange et le % des produits S issus de leur pyrolyse.

Cette corrélation négative s'est avérée excellente dans la gamme de mélange explorée (de 0 à 90% de conifère) (Figure 3).

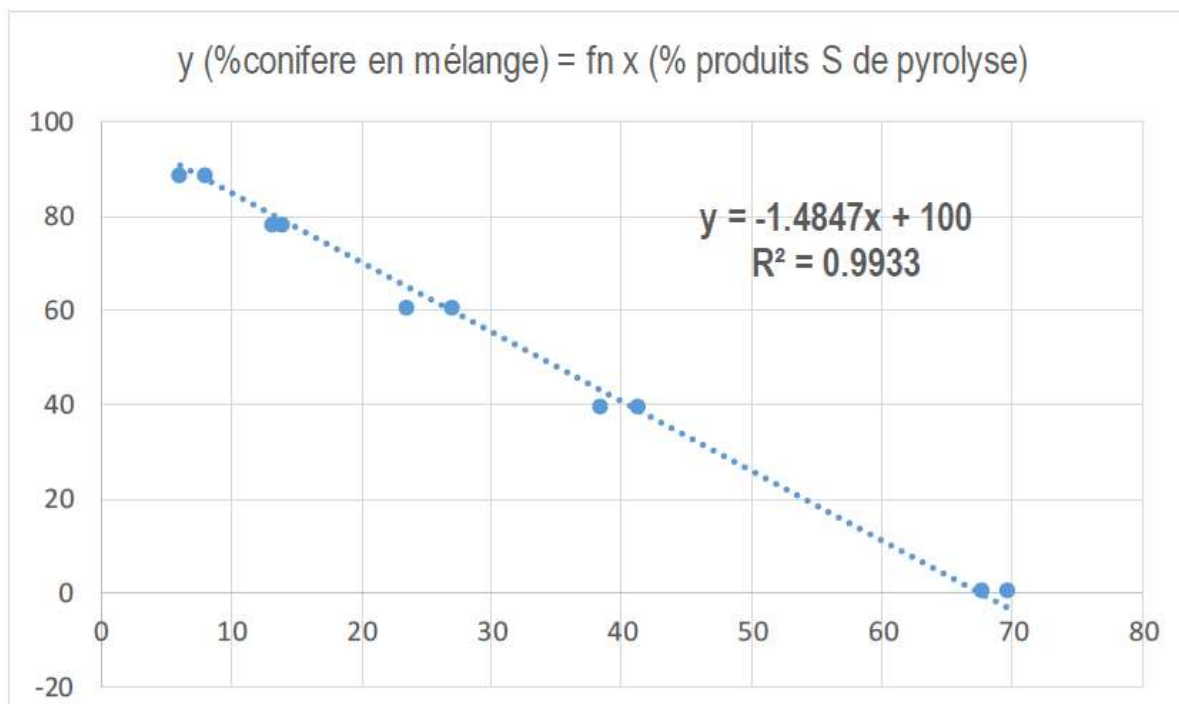


Figure 13 : Corrélation entre le % pondéral de conifère introduit dans un mélange (conifère+feuillu) et le % des produits S de pyrolyse issus de ce mélange. Le conifère est représenté par du bois d'épicéa et le feuillu par du bois de peuplier.

Nous avons employé la droite de corrélation ($y = 100 - 1.4847 \cdot x$) pour évaluer le % de bois de conifère dans les mélanges de résidus B. Attention, il s'agit d'une évaluation avec l'épicéa et le peuplier comme modèles de conifères et de feuillus. Le calcul permet de mieux classer les échantillons, mais reste approximatif car les feuillus des résidus B sont sans doute représentés par d'autres bois que le peuplier. Si leurs lignines sont plus riches ou moins riches que celles de peupliers en unités S, cela introduit un biais.

Tableau 12 : Pourcentages relatifs des produits S et G issus de la pyrolyse de bois (% de la surface des pics correspondants sur le pyrogramme, avec $\%G + \%S = 100$). Les données correspondent aux moyennes (et écart-type) entre triples ou doubles d'analyse

Pourcentage	Peuplier I214	EM	GE	VLD	EX
% produits S	68.8 (1.3)	42.8 (3.5)	19.3 (2.4)	17.6 (2.4)	13.0 (3.0)
% bois de conifère	0	36.5 (5.2)	71.4 (3.5)	73.9 (3.6)	80.7 (4.5)

1.7.3 Dosage du taux de lignines des résidus B par la méthode Klason

Principe

Sur des échantillons de bois débarrassés des composés extractibles (par extraction à l'alcool), le taux de lignines est mesuré par la méthode gravimétrique de Klason (créée au 19^{ème} siècle !), méthode qui est encore la méthode la plus reconnue pour cette estimation. L'échantillon (300 mg en général) est traité par une solution concentrée d'acide sulfurique (à 72% p/p), ce qui provoque l'hydrolyse totale des polysaccharides. Le résidu noir obtenu est soumis à une post-hydrolyse à reflux et dans l'acide sulfurique à 5% (pour mieux le flocculer et le récupérer par filtration). Après refroidissement, le milieu réactionnel est filtré, le résidu sur filtre est séché et pesé. Le % pondéral obtenu se dénomme lignine acido-insoluble ou lignine de Klason. Les dosages sont réalisés en double.

Résultats

Pas de coloration anormalement rouge en traitant les échantillons en milieu acide. Cela indique que les résidus de bois ne contiennent pas beaucoup de tanins condensés (ou proanthocyanidines) qui génèrent des anthocyanines rouges lors du traitement acide à chaud.

Les taux de lignine LK sont élevés pour tous les échantillons. Dans la littérature, les bois de conifères sont en général plus lignifiés (25 à 30%) que les bois de feuillus (22 à 27%). Cette tendance n'est pas observée ici, si l'on se base sur l'évaluation du taux de conifère issue de la pyrolyse analytique. On peut en conclure que les bois de feuillus présents dans les résidus sont riches en lignines.

Tableau 13 : Taux de lignine des échantillons RB (dosage sous forme de lignine acido-insoluble ou lignine Klason LK). Moyenne (et écart-moyen) entre doubles

Pourcentage de LK (en poids)			
EM	GE	VLD	EX
28.68 (0.02)	30.06 (0.00)	27.03 (0.06)	28.46 (0.17)

On peut cependant se demander si la présence de bois aggloméré n'introduit pas un biais dans le dosage Klason (résine employée pour lier les particules d'aggloméré comptabilisée comme lignine Klason).

1.7.4 Proportion d'hemicellulose et de cellulose dans les 4 échantillons

Tableau 14 : Proportion d'hemicellulose (fructose, arabinose, rhamnose, galactose, glucose, xylose et mannose).

		Hemicellulose																																								
		Fucose					Arabinose/Rhamnose					Galactose					Glucose					Xylose					Mannose															
		mg/g	moy (mg/g)	S D	%N CP	% P	%T ot	mg/g	moy (mg/g)	S D	%N CP	% P	%T ot	mg/g	moy (mg/g)	S D	%N CP	% P	%T ot	mg/g	moy (mg/g)	S D	%N CP	% P	%T ot	mg/g	moy (mg/g)	S D	%N CP	% P	%T ot	mg/g	moy (mg/g)	S D	%N CP	% P	%T ot					
EM 1	0						9,8							20,8							73,2						136															
EM 2	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	9,9	9,9	0,1	3,0	2,7	1,0		20	20,6	0,5	6,4	5,6	2,1		79,1	77,6	3,8	23,9	21,2	7,8	137,4	139,2	4,4	43,0	38,0	13,9		74	76,6	2,4	23,7	20,9				
EM 3	0						9,9							21							80,4					144,3																
EX 1	0						12							39,8							107,2						87,6															
EX 2	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	11,1	11,8	0,7	3,0	3,2	1,2		34,5	36,5	2,9	9,3	10,0	3,7		97,8	100,2	6,2	25,6	27,3	10,0	86,5	90,5	5,9	23,1	24,7	9,0		143,6	151,8	8,0	38,8	41,4				
EX 3	0						12,4							35,3							95,5					97,3																
GE 1	0						9,4							31,3							100,4						92,4															
GE 2	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	10,1	9,9	0,5	2,7	2,7	1,0		31,8	32,8	2,2	9,0	8,8	3,3		106,6	104,6	3,6	28,7	27,9	10,5	90,8	95,9	7,5	26,3	25,6	9,6		119,7	120,9	5,8	33,2	32,3				
GE 3	0						10,3							35,4							106,7					104,5																
VD L1	0						11,4							34							86,8						92,5															
VD L2	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	10,4	11,1	0,6	3,2	3,2	1,1		31,7	32,1	1,7	9,3	9,3	3,2		87	87,4	0,9	25,2	25,4	8,7	88,8	90,5	1,9	26,1	26,3	9,0		121,1	125,2	7,7	36,2	36,4				
VD L3	0						11,4							30,7							88,5					90,1																

Légende :

La colonne **%NCP** représente la proportion d'un sucre par rapport à celle des sucres totaux des polysaccharides non cristallins (hémicelluloses).

La colonne **%P** représente la proportion d'un sucre par rapport à celle des sucres totaux de l'ensemble des polysaccharides (hémicelluloses + cellulose).

La colonne **%Tot** représente la proportion d'un sucre par rapport à la matière végétale.

Tableau 15 : Proportion de cellulose dans les 4 échantillons

Echantillons	Cellulose (mg/g)	Moyenne	SD
EM1	99,2	119,4	28,8
EM2	106,7		
EM3	152,5		
EX1	131,9	127,7	30,9
EX2	94,9		
EX3	156,3		
GE1	124,8	131,0	6,5
GE2	137,8		
GE3	130,3		
VLD1	106,9	123,1	16,5
VLD2	140,0		
VLD3	122,5		

Remarque : le contenu en cellulose peut être sous-estimé du fait du protocole d'hydrolyse utilisé. La méthode d'hydrolyse est adaptée pour le dosage de cellulose cristalline. Cependant, il est possible que certaines sous-fractions de cellulose des échantillons soient récalcitrantes à cette hydrolyse du fait de l'origine végétale des échantillons ou des traitements subis par le bois.

5 Fiche synthétique de caractérisation des 4 échantillons

Tableau 16 : Fiche synthétique de caractérisation des 4 échantillons de bois B

	GE	EX	EM	VDL	Chênevotte	Chênevotte
Masse volumique en vrac						
Masse volumique en vrac (kg.m-3)	200 ± 4	177 ± 6	208 ± 5	178 ± 7	120 ± 25	
Absorption en eau						
¹ IRA (W% 1 min)	82,5	90	55,4	88,7	181,6	214
W% 48 h	151 ± 2	153 ± 1	119 ± 4	149 ± 1	353 ± 36	369 ± 29
² C _A (%.[log(min)] ⁻¹)	19,1	17,3	18,6	16,3	49,1	46,4
Granulométrie						
Bois aggloméré & cartonné	Très peu observé	Présent	Forte proportion	Très peu observé		
Bois « grossier » type chênevotte	Présent	Présent	Présent	Présent		
Mélange d'éléments fins (longueur < 3mm)	Forte proportion	Très peu observé	Forte proportion	Très peu observé		
Pourcentage massique de fraction <0,5 mm (%M)	10–12	< 4	10–12	< 4		
Maj50 (mm)	7	8	7	9	9	9,9
Min50 (mm)	3	3	3	3	2	2,7
EQ50 (mm)	4,5	5	4,5	5	4,2	5
Caractérisation environnementale						
Statut de déchet	Dangereux	(av)	Non dangereux	Non dangereux		
Dépassement ISDI	Hydrocarbure	Hydrocarbure	Hydrocarbure	Hydrocarbure		

	GE	EX	EM	VDL	Chênevotte	Chênevotte
	Zinc Fraction soluble Arsenic Chrome Cuivre Plomb (av)	Zinc Fraction soluble Arsenic (av) Indice Phénol	Zinc Fraction soluble Indice Phénol	Zinc Fraction soluble Cuivre (av) Plomb Fluorure		
Dépassement ISDND	HAP	Indice phénol (av)	-	-		
Caractérisation Chimique						
% Hémicellulose	36,4	39,1	32,4	34,6		
% Cellulose (sous-estimée)	13,1	12,8	11,9	12,3		
% Lignine	30,06	28,46	28,68	27,03		

(av) : à vérifier par une 3^{ème} analyse de lixiviation

