



INSTITUT TECHNOLOGIQUE

Emissions de phénol par les panneaux de contreplaqués

Acronyme : RPC PHENOL

Etude réalisée pour le compte du Codifab

Référence du rapport final : 402/16/1159R

Version 1

Date : 16/01/2017

Responsable du projet : Christophe YRIEIX

Siège social
10, rue Galilée
77420 Champs-sur-Marne
Tél +33 (0)1 77 84 97 84

**Laboratoire de chimie-
écotoxicologie**
Allée de Boutaut – BP 227
33028 Bordeaux Cedex
Tél +33 (0)5 56 43 63 00
Fax +33 (0)5 56 43 64 80

www.fcba.fr

Siret 775 680 903 00132
APE 7219 Z
Code TVA CEE : FR 14 775 680 903

avec le soutien du

CODIFAB

comité professionnel de développement
des industries françaises de l'ameublement et du bois

Sommaire

RESUME	3
ABSTRACT.....	3
1 Contexte et objectifs	4
2 Protocole expérimental	4
2.1 Généralités	4
2.2 Stockage et préparation des échantillons	5
2.3 Déroulement de l'essai	5
3 Résultats	6
3.1 Panneau de contreplaqué en pin maritime sans nœud (16/1159R/1)	6
3.2 Panneau de contreplaqué en pin maritime avec nœuds (16/1159R/2).....	8
3.3 Panneau de contreplaqué en peuplier (16/1159R/3)	10
4 Discussion.....	12
5 Conclusion	12

RESUME

L'étude "RPC Phénol" a permis de vérifier si les panneaux de contreplaqués collés avec des résines phénoplastes sont émetteurs de phénol, composant de base de ce type de résine.

Les tests d'émission ont été réalisés sur trois types de panneaux (contreplaqués en pin maritime avec et sans nœud, contreplaqué en peuplier). La mesure des émissions de phénol a été réalisée après 7 jours de conditionnement de chaque produit en chambre d'essai d'émission selon la norme prEN 16516. Les prélèvements d'air et les analyses ont suivi les principes de la norme prEN 16516.

Les résultats ont montré que les panneaux de contreplaqué collés avec une résine phénoplaste pouvait émettre du phénol après 7 jours de conditionnement du produit en chambre d'essai d'émission selon la norme prEN 16516 mais seulement à l'état de traces (composé détecté mais concentration inférieure à sa limite de quantification analytique, soit $2 \mu\text{g}/\text{m}^3$). Ces niveaux sont inférieurs aux valeurs de référence actuellement disponibles en Europe (concentration limite d'intérêt de $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ selon le référentiel allemand AgBB).

Mots clés : panneaux à base de bois, contreplaqués, émission, ISO 16000, prEN 16516, phénol

ABSTRACT

The study "RPC Phenol" was carried out to verify that phenol, based component of phenolic resins, is not emitted by plywoods glued with this kind of resin.

Emission tests were carried out on three wood based panels (maritime pine plywood with and without knots, poplar plywood). Phenol emissions were measured after 7 testing days in emission test chamber according to prEN 16516. Air sampling and analysis were carried out according to prEN 16516.

Results showed that phenol is only emitted at trace levels by plywood panels glued with phenolic resin after 7 testing days in emission test chamber according to prEN 16516 (substance detected but concentration inferior to limit of analytical quantification ($2 \mu\text{g}/\text{m}^3$)). These levels are lower than reference values now available in Europe (NIK of $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ according to German AgBB scheme).

Keywords : wood based panel, plywood, emission, ISO 16000, prEN 16516, phenol

1 Contexte et objectifs

Le CEN/TC351 "Produits de construction – Evaluation des substances dangereuses" a pour mission de développer des méthodes d'évaluation horizontales normalisées concernant la mesure des émissions des matériaux de construction dans l'air intérieur, le sol, les eaux de surface et les eaux souterraines. Il a aussi pour objectif de coordonner les structures nationales liées à cette thématique afin de répondre au mandat M/366 « Complément horizontal aux mandats adressés au CEN concernant l'exécution des ouvrages de normalisation » en ce qui concerne les substances dangereuses dans le cadre du règlement Produits de Construction (exigence essentielle n° 3 liée à l'hygiène, la santé et l'environnement du RPC n° 305/2011).

Dans ce contexte, un amendement au mandat M/113 a été transmis au CEN/TC112 pour prendre en considération une liste de substances considérées comme dangereuses par les autorités nationales et donc à réglementer. La réponse du CEN/TC112 (adoptée en juillet 2015) a proposé de retenir le formaldéhyde comme substance dangereuse à réglementer pour les panneaux à base de bois collés avec des résines aminoplastes. Par contre, ce comité technique a précisé qu'il n'existait pas d'information sur le potentiel d'émission en phénol des panneaux collés avec des résines phénoplastes, quand cette substance est classée mutagène de catégorie 2 selon le règlement CLP (règlement 1272/2008).

L'Union des Industries du Panneau Contreplaqué (UIPC) a donc demandé à FCBA de confirmer que les panneaux de contreplaqués collés avec des résines phénoplastes (PF) n'émettent pas de phénol lorsque les futures méthodes d'évaluation horizontales normalisées sont appliquées.

Pour cela, la norme développée par le CEN/TC351/WG2 a été appliquée pour mesurer les émissions en substances volatiles par les produits de construction, en prenant en compte les conditions normales d'utilisation du produit (prEN 16516 - Produits de construction, Evaluation de l'émission de substances dangereuses, Détermination des émissions dans l'air intérieur, Indice de classement P01-025PR). Elle est basée sur l'utilisation d'une chambre d'essai d'émission et sur l'analyse ultérieure des composés organiques par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG/SM) ou par chromatographie liquide à haute performance (CLHP).

2 Protocole expérimental

2.1 Généralités

L'étude a consisté à mesurer le dégagement de phénol à partir de panneaux de contreplaqué fabriqués en France avec des résines phénoplastes et pouvant être retrouvés dans les environnements intérieurs :

- 1 panneau en peuplier collage PF
- 1 panneau en pin maritime collage PF (faces sans nœud)
- 1 panneau en pin maritime collage PF (faces avec nœuds)

Les panneaux de contreplaqué ont été conditionnés en chambre d'essai d'émission durant 7 jours selon un scénario « Murs » selon les principes de la norme prEN 16516 (2015). Des prélèvements d'air ont systématiquement été réalisés après 7 jours de conditionnement de chaque produit en chambre d'essai d'émission :

- Prélèvement actif sur tube Tenax TA® de l'air de la chambre d'essai d'émission, analyse du phénol par désorption thermique (TD) et chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS) selon les conditions de la norme prEN 16516 (2015)

2.2 Stockage et préparation des échantillons

L'échantillonnage et le prélèvement des échantillons de panneaux de contreplaqué ont été réalisés par chaque fabricant ayant participé à l'étude. Le stockage des échantillons et la préparation des éprouvettes d'essai ont suivi les spécifications de la norme NF EN ISO 16000-11 (2006).

Chaque échantillon a été reçu dans un emballage hermétique à l'air et aux UV (papier aluminium recouvert d'un film plastique). A leur réception, les échantillons ont été stockés tels quels à température ambiante ($20 \pm 5^\circ\text{C}$), jusqu'à la date de préparation avant essai (découpe et colmatage).

Les différentes étapes de préparation ont été contrôlées et réduites au maximum. Seule une face choisie aléatoirement a été mise au contact avec l'air de la chambre d'essai d'émission. La contre-face, les chants et la face sur quelques centimètres sont colmatés à l'aide d'un ruban adhésif aluminium non émissif.

2.3 Déroulement de l'essai

2.3.1 Lancement de l'essai

Différentes tailles de chambres d'essai d'émission ont été utilisées (chambres en verre de 50,9 litres et 225 litres). Les éprouvettes d'essai sont conditionnées en chambre de test à $23 \pm 1^\circ\text{C}$ et $50 \pm 5\%$ d'humidité relative. Leur introduction dans la chambre correspond au début de l'essai d'émission.

2.3.2 Prélèvement de l'air de la chambre et méthode d'analyse

L'air de la chambre d'essai d'émission a été prélevé après 7 jours de conditionnement des éprouvettes d'essai à $23 \pm 1^\circ\text{C}$ et $50 \pm 5\%$ d'humidité relative.

Après 7 jours, l'air de la chambre a été prélevée par échantillonnage actif (pompage sur un système spécifique :

- sur tube d'adsorbant Tenax TA[®] selon les conditions de la norme prEN 16516 pour la mesure du phénol

Le phénol a été identifié et quantifié en spectrométrie de masse (MS) par utilisation de son propre facteur de réponse. Les prélèvements ont été effectués en doublons. Les résultats présentés correspondent à la moyenne des deux prélèvements analysés.

Pour chaque échantillon testé, un tableau reprend la concentration expérimentale (C_{essai}) et le facteur d'émission spécifique (SER) en phénol après 7 jours de conditionnement en chambre d'essai d'émission.

La relation liant le facteur d'émission spécifique à la concentration est la suivante :

$\text{SER} = C_{\text{essai}} \times q_{\text{essai}}$ avec q_{essai} : débit d'air spécifique dans la chambre d'essai d'émission

C_{essai} : concentration expérimentale en microgrammes de phénol par mètre cube d'air ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
– moyenne de 2 répliqués

SER : facteur d'émission spécifique en microgrammes de phénol par mètre carré et par heure ($\mu\text{g}/(\text{m}^2.\text{h})$)

3 Résultats

3.1 Panneau de contreplaqué en pin maritime sans nœud (16/1159R/1)

3.1.1 Description

Référence FCBA	Dénomination	Date de réception	Date de début d'essai
16/1159R/1	Panneau de contreplaqué en pin maritime sans nœud collage PF 2 échantillons de 500 x 500 x 15 mm Origine : fabricant 1	06/07/2016	26/09/2016

3.1.2 Préparation de l'éprouvette d'essai

Une éprouvette d'essai de 370 x 160 mm a été découpée au centre de chaque échantillon. Seule une face est mise au contact de l'air intérieur (prise aléatoirement). Les chants coupés, la contre-face et une partie de la face (sur quelques millimètres) ont été colmatés à l'aide d'un ruban adhésif aluminium.

Après colmatage, la dimension de chaque éprouvette est réduite à 350 x 140 mm et la surface émissive totale est égale à 0,098 m² (photo 1)

Référence	16/1159R/1
Date de réception de l'échantillon au laboratoire	06/07/2016
Déballage de l'échantillon et préparation des éprouvettes d'essai	Découpe : 05/09/2016 (10h40-10h50) Colmatage : 05/09/2016 (15h20-15h40)
Début de l'essai	26/09/2016 14h40
Fin de l'essai	03/10/2016 (15h20)

Tableau 1 : Suivi de l'échantillon 16/1159R/1 et des éprouvettes d'essai



Photo 1 : Eprouvettes d'essai après découpe de l'échantillon 16/1159R/1 et colmatage

3.1.3 Déroulement de l'essai en chambre d'émission

Les éprouvettes d'essai sont placées en position horizontale dans une chambre en verre de 50,9 litres (photo 2). Leur introduction dans la chambre correspond au début (T₀) de l'essai d'émission.

Volume chambre d'essai (V)	0,0509	m ³
Taux de renouvellement d'air (n)	0,97	h ⁻¹
Taux de charge essai (L = S/V)	1,93	m ² /m ³
Débit d'air spécifique (q _{essai} = n/L)	0,5	m ³ /(m ² .h)

Tableau 2 : Conditions en chambre d'essai d'émission pour l'échantillon 16/1159R/1



Photo 2 : Eprovettes d'essai en chambre d'essai d'émission (16/1159R/1)

3.1.4 Résultats expérimentaux

Le tableau 3 reprend la concentration expérimentale (C_{essai}) et le facteur d'émission spécifique (SER) en phénol mesurés après 7 jours de conditionnement du panneau de contreplaqué en pin maritime sans nœud (16/1159R/1) en chambre d'essai d'émission.

Substance volatile	Numéro CAS	C_{essai} ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	SER ($\mu\text{g}/(\text{m}^2.\text{h})$)	Commentaires
Phénol	108-95-2	Détecté mais non quantifié < 2,0	Détecté mais non quantifié < 1,0	Etalonnage spécifique

Tableau 3 : Concentration expérimentale (C_{essai}) et facteur d'émission spécifique (SER) en phénol émis après 7 jours de conditionnement de l'échantillon 16/1159R/1 en chambre d'essai d'émission

3.2 Panneau de contreplaqué en pin maritime avec nœuds (16/1159R/2)

3.2.1 Description

Référence FCBA	Dénomination	Date de réception	Date de début d'essai
16/1159R/2	Panneau de contreplaqué en pin maritime avec nœuds collage PF 2 échantillons de 500 x 500 x 15 mm Origine : fabricant 1	06/07/2016	26/09/2016

3.2.2 Préparation de l'éprouvette d'essai

Une éprouvette d'essai de 370 x 160 mm a été découpée au centre de chaque échantillon. Seule une face est mise au contact de l'air intérieur (prise aléatoirement). Les chants coupés, la contre-face et une partie de la face (sur quelques millimètres) ont été colmatés à l'aide d'un ruban adhésif aluminium.

Après colmatage, la dimension de chaque éprouvette est réduite à 350 x 140 mm et la surface émissive totale est égale à 0,098 m² (photo 3)

Référence	16/1159R/2
Date de réception de l'échantillon au laboratoire	06/07/2016
Déballage de l'échantillon et préparation des éprouvettes d'essai	Découpe : 05/09/2016 (10h40-10h50) Colmatage : 05/09/2016 (15h55-16h25)
Début de l'essai	26/09/2016 14h40
Fin de l'essai	03/10/2016 (16h00)

Tableau 4 : Suivi de l'échantillon 16/1159R/2 et des éprouvettes d'essai



Photo 3 : Eprouvettes d'essai après découpe de l'échantillon 16/1159R/2 et colmatage

3.2.3 Déroulement de l'essai en chambre d'émission

Les éprouvettes d'essai sont placées en position horizontale dans une chambre en verre de 50,9 litres (photo 4). Leur introduction dans la chambre correspond au début (T₀) de l'essai d'émission.

Volume chambre d'essai (V)	0,0509	m ³
Taux de renouvellement d'air (n)	0,97	h ⁻¹
Taux de charge essai (L = S/V)	1,93	m ² /m ³
Débit d'air spécifique (q _{essai} = n/L)	0,5	m ³ /(m ² .h)

Tableau 5 : Conditions en chambre d'essai d'émission pour l'échantillon 16/1159R/2

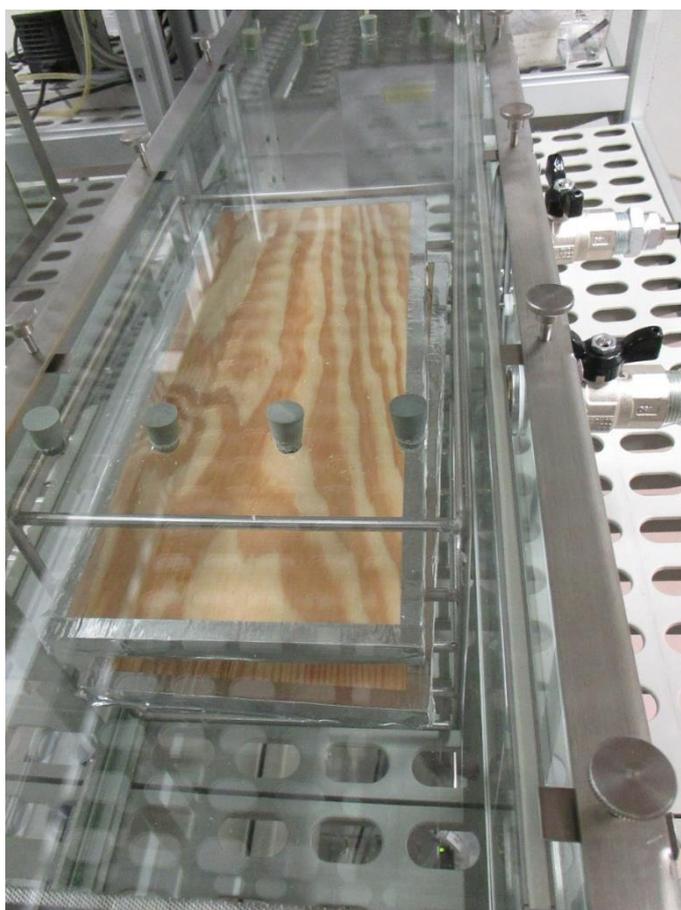


Photo 4 : Eprovettes d'essai en chambre d'essai d'émission (16/1159R/2)

3.2.4 Résultats expérimentaux

Le tableau 6 reprend la concentration expérimentale (C_{essai}) et le facteur d'émission spécifique (SER) en phénol mesurés après 7 jours de conditionnement du panneau de contreplaqué en pin maritime avec nœud (16/1159R/2) en chambre d'essai d'émission.

Substance volatile	Numéro CAS	C_{essai} ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	SER ($\mu\text{g}/(\text{m}^2.\text{h})$)	Commentaires
Phénol	108-95-2	Déecté mais non quantifié < 2,0	Déecté mais non quantifié < 1,0	Etalonnage spécifique

Tableau 6 : Concentration expérimentale (C_{essai}) et facteur d'émission spécifique (SER) en phénol émis après 7 jours de conditionnement de l'échantillon 16/1159R/2 en chambre d'essai d'émission

3.3 Panneau de contreplaqué en peuplier (16/1159R/3)

3.3.1 Description

Référence FCBA	Dénomination	Date de réception	Date de début d'essai
16/1159R/3	Panneau de contreplaqué en peuplier poncé collage PF 2 échantillons de 500 x 500 x 15 mm Origine : fabricant 2	25/07/2016	26/09/2016

3.3.2 Préparation de l'éprouvette d'essai

Une éprouvette d'essai de 395 x 320 mm a été découpée au centre de chaque échantillon. Seule une face est mise au contact de l'air intérieur (prise aléatoirement). Les chants coupés, la contre-face et une partie de la face (sur quelques millimètres) ont été colmatés à l'aide d'un ruban adhésif aluminium.

Après colmatage, la dimension de chaque éprouvette est réduite à 375 x 300 mm et la surface émissive totale est égale à 0,225 m² (photo 5)

Référence	16/1159R/3
Date de réception de l'échantillon au laboratoire	06/07/2016
Déballage de l'échantillon et préparation des éprouvettes d'essai	Découpe : 05/09/2016 (10h50-10h55) Colmatage : 05/09/2016 (16h20-17h00)
Début de l'essai	26/09/2016 14h50
Fin de l'essai	03/10/2016 (11h05)

Tableau 7 : Suivi de l'échantillon 16/1159R/3 et des éprouvettes d'essai



Photo 5 : Eprouvettes d'essai après découpe de l'échantillon 16/1159R/3 et colmatage

3.3.3 Déroulement de l'essai en chambre d'émission

Les éprouvettes d'essai sont placées en position horizontale dans une chambre en verre de 225 litres (photo 6). Leur introduction dans la chambre correspond au début (T₀) de l'essai d'émission.

Volume chambre d'essai (V)	0,225	m ³
Taux de renouvellement d'air (n)	0,50	h ⁻¹
Taux de charge essai (L = S/V)	1,00	m ² /m ³
Débit d'air spécifique (q _{essai} = n/L)	0,5	m ³ /(m ² .h)

Tableau 8 : Conditions en chambre d'essai d'émission pour l'échantillon 16/1159R/3

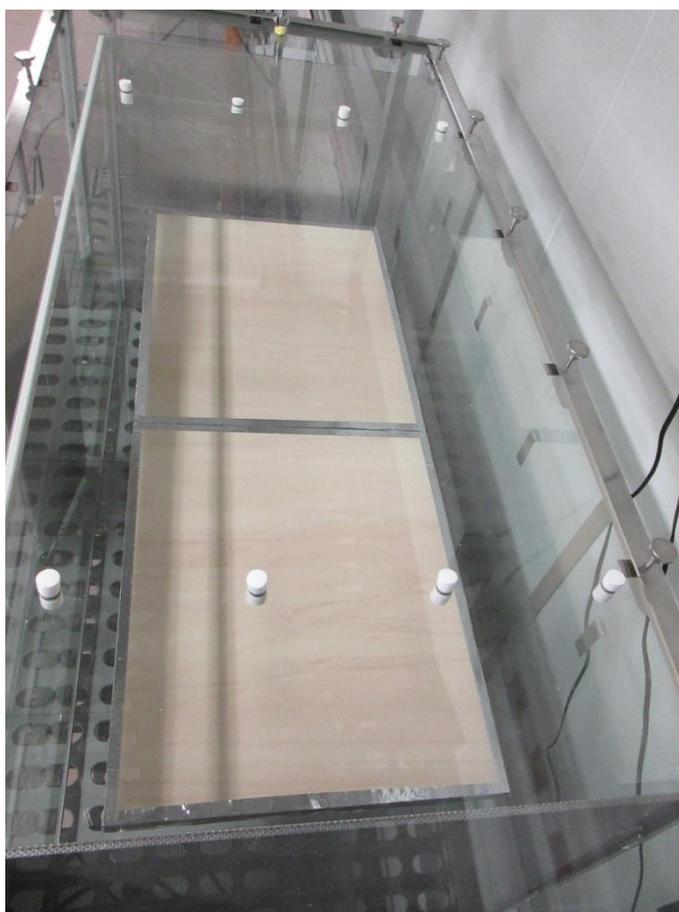


Photo 6 : Eprouvettes d'essai en chambre d'essai d'émission (16/1159R/3)

3.3.4 Résultats expérimentaux

Le tableau 9 reprend la concentration expérimentale (C_{essai}) et le facteur d'émission spécifique (SER) en phénol mesurés après 7 jours de conditionnement du panneau de contreplaqué en peuplier (16/1159R/3) en chambre d'essai d'émission.

Substance volatile	Numéro CAS	C_{essai} ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	SER ($\mu\text{g}/(\text{m}^2.\text{h})$)	Commentaires
Phénol	108-95-2	Détecté mais non quantifié < 2,0	Détecté mais non quantifié < 1,0	Etalonnage spécifique

Tableau 9 : Concentration expérimentale (C_{essai}) et facteur d'émission spécifique (SER) en phénol émis après 7 jours de conditionnement de l'échantillon 16/1159R/3 en chambre d'essai d'émission

4 Discussion

Le phénol a été systématiquement recherché dans les émissions des trois panneaux de contreplaqué (identification et quantification en facteur de réponse spécifique (SER) selon la norme prEN 16516). Pour chacun des panneaux de contreplaqué testé, le phénol a été détecté mais non quantifié (facteur d'émission spécifique inférieur à $1,0 \mu\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$).

Ce composant des colles phénoplastes est donc retrouvé à l'état de traces après 7 jours de conditionnement des panneaux de contreplaqué en chambre d'essai d'émission. Ces résultats montrent que la polycondensation de ce type de résine crée une structure peu sensible au phénomène d'hydrolyse, à l'inverse des colles aminoplastes.

Même si le phénol ne présente pas encore de concentration limite d'intérêt européenne (EU-LCI en cours d'évaluation¹), les résultats montrent que cette substance mutagène de catégorie 2 ne risque pas déclasser les panneaux de contreplaqué testés. En effet, les niveaux d'émission extrapolés pour un scénario « Murs » à partir de la limite de quantification (concentration d'exposition de $2 \mu\text{g}/\text{m}^3$) sont inférieurs aux concentrations limites d'intérêt actuellement disponibles au niveau européen² :

- Concentration limite d'intérêt (CLI) de $20 \mu\text{g}/\text{m}^3$ selon le protocole Afsset (2009)³
- Concentration limite d'intérêt (NIK) de $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ selon le référentiel AgBB (2015)⁴

5 Conclusion

L'étude "RPC Phénol" a permis de caractériser les émissions de phénol à partir de panneaux de contreplaqué collés avec des résines phénoplastes. Des tests d'émission ont été réalisés sur trois types de panneaux (contreplaqués en pin maritime avec et sans nœud, contreplaqué en peuplier). La mesure des émissions en phénol a été réalisée après 7 jours de conditionnement de chaque produit en chambre d'essai d'émission selon la norme prEN 16516. Les prélèvements d'air et les analyses ont suivi les principes de la norme prEN 16516.

Les résultats ont montré que le phénol est émis par ce type de panneaux mais à l'état de traces. En effet, cette substance a été détectée après 7 jours de conditionnement des produits testés en chambre d'essai d'émission, mais toujours à des niveaux inférieurs à la limite de quantification analytique (facteur d'émission spécifique inférieur à $1,0 \mu\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$). La concentration d'exposition, extrapolée à partir du scénario « Murs » défini dans la norme prEN16516, reste largement en dessous des valeurs de référence actuellement disponibles en Europe.

¹ http://www.eu-lci.org/EU-LCI_Website/EU-LCI_Values.html

² Scénario « Murs » défini dans la norme prEN 16516 : taux de renouvellement d'air de $0,5 \text{ h}^{-1}$, taux de charge de $1 \text{ m}^2/\text{m}^3$

³ <https://www.anses.fr/fr/system/files/AIR2004et0011Ra-2.pdf>

⁴ http://www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/355/dokumente/agbb_evaluation_scheme_2015.pdf