

Protocole d'analyses pour la qualification des fractions plastiques

1- Objectifs

Ce protocole d'analyses des fractions plastiques doit être suivi dans le cadre de :

- L'utilisation de nouveaux procédés de tri,
- La collecte / le traitement de nouveaux flux,
- Le contrôle périodique pour mesurer l'efficacité du tri.

L'objectif est d'obtenir, via une caractérisation, des données objectives permettant de valider l'efficacité du procédé de tri, de qualifier les fractions bromées après tri en tant que fraction dangereuse / non dangereuse, POP / non POP et définir les exutoires adaptés.

2- Périmètre

La définition de ces objectifs peut se dérouler en 3 phases :

Phase 1 : Analyses des échantillons de la fraction brute de plastiques en sortie de traitement afin de mesurer la concentration en brome. Si la concentration est <2000ppm, le lot est considéré comme non concerné par une problématique de brome et peut être recyclé sans tri.

Phase 2 : Si à l'issue de cette première phase d'analyse, la fraction de plastiques bruts présente une concentration en Br >2000ppm, il sera nécessaire de constituer un échantillon représentatif de cette fraction de plastiques bruts et de la faire passer sur une installation de tri des plastiques afin de mesurer les proportions massiques de plastiques considérés comme bromés (>2000ppm) et de plastiques dépollués considérés comme non bromés (<2000ppm).

Phase 3 : Après cette étape de tri, des échantillons représentatifs de plastiques bromés (concentrant le brome) seront envoyés au laboratoire pour analyse. Tous les paramètres suivants seront analysés (brome, PBB, PBDE, antimoine, TBBPA, HBCDD) L'objectif étant de qualifier la fraction bromée en tant que déchet dangereux / non dangereux et / ou POP / non POP.

Sur la fraction considérée non bromée (<2000 ppm), une analyse du taux de brome sera réalisée afin de vérifier que la fraction dépolluée présente bien une concentration en brome < 2000ppm pour être orientée vers une filière de recyclage.

3- Dimensionnement du lot à caractériser pour mesurer la concentration en brome du flux concerné (phase1)

En accord avec *l'annexe D de la norme 50625-1 : Protocole de caractérisation*, la taille des lots de DEEE à prendre en compte pour la caractérisation sont les suivantes :

- **Pour les GEMF et GEMHF :**
 - 50 t minimum dans un grand broyeur (d'une capacité de 40t/h à 50t/h)
 - 10 t minimum dans un broyeur moyen spécifique aux DEEE

- **Pour les écrans CRT et écrans plats :**
 - 10t minimum dans un broyeur moyen spécifique aux écrans CRT
 - 5t minimum dans un broyeur moyen spécifique aux écrans plats
 - 5t ou 250 unités pour un démontage manuel

- **Pour les PAM :**
 - 50 t minimum dans un grand broyeur (d'une capacité de 40t/h à 50t/h)
 - 10 t minimum dans un broyeur moyen spécifique aux DEEE

Pour les autres DEEE (démantelé manuellement notamment): Tonnage minimum correspondant à une journée de production (ou de démantèlement manuel)

Les lots de DEEE qui seront isolés dans le cadre de cette campagne correspondront qualitativement aux flux traités par le site. Il est demandé aux exploitants une attention particulière pour s'assurer par un contrôle visuel, que le lot sélectionné présente une composition moyenne représentative des lots traités sur l'année.

4- Dimensionnement du lot à caractériser pour estimer la part de plastique bromé et qualifier la fraction plastique bromé après tri (phase 2 et phase 3)

En accord avec *l'annexe D de la norme 50625-1 : Protocole de caractérisation* et *l'annexe B du TS 50625-3-1 : Protocole d'échantillonnage* des matières plastiques, la taille des lots de DEEE à prendre en compte pour la caractérisation doit être dimensionnée de façon à :

- obtenir un lot **d'au moins 10t de fractions plastiques en mélange** représentatif du flux en entrée de ligne de tri des plastiques bromés
- faire fonctionner le procédé de tri des plastiques **au moins 2 heures avec le lot de fraction plastique en mélange.**

Les flux de DEEE pour lesquels la quantité de 10 tonnes de plastiques serait produite après un temps très long de collecte (faibles volumes) ou un temps long de traitement,

supérieure à 2 jours de production (exemple des tubes et lampes contenant moins de 5% de plastiques ou des DEEE démantelés manuellement), la quantité de plastiques en mélange sera limitée à la quantité minimale pouvant être traitée en lot dans le procédé de tri des plastiques bromés. Cette dérogation devra être justifiée en notifiant la nature du flux DEEE concerné et le procédé de traitement correspondant.

Pour les plastiques triés par un procédé d'analyse sur grosse pièce (exemple du tri sur coques entières des écrans), la taille du lot de l'échantillon de pièces plastiques correspondra à la quantité pouvant être triée par le procédé sur une journée de production.

5- Echantillonnage

En phase 1, les prélèvements d'échantillons seront réalisés sur la fraction brute de plastiques en mélange, (avant le tri des plastiques).

En phase 2 et phase 3, les prélèvements d'échantillons seront réalisés sur les fractions sortantes, à l'issue de l'opération de tri des plastiques :

- fraction bromée (concentrant le brome)
- fraction « non bromée » (dépolluée)

Les lots de pièces plastiques bromées et non bromées obtenues après l'étape de tri seront idéalement broyées pour procéder aux prélèvements des échantillons représentatifs.

Les prélèvements des échantillons se feront en suivant le protocole d'échantillonnage spécifié en **Annexe B du TS 50625-3-1 « Protocole d'échantillonnage des matières plastique »** :

- ✓ Prélèvement de 10 échantillons individuels, selon les cas en tas ou en sortie du procédé de tri (description détaillée dans l'annexe B)
- ✓ Masse de l'échantillon individuel :
 - si la taille des plus grosses particules < 20 mm → prélever 10 échantillons de 3 litres,
 - si la taille des particules est comprise entre 20-50 mm → prélever 10 échantillons de 5 litres,
 - si la taille des particules > 50 mm → prélever 10 échantillons de 10 litres,
- ✓ Mélange en zone propre sur bâche plastique des 10 échantillons,
- ✓ Réduction du lot mélangé après quartage successif pour obtenir à la fin 4 échantillons représentatifs de 10 litres environ,
- ✓ Envoi de 3 échantillons au laboratoire d'analyses,
- ✓ L'opérateur devra garder un échantillon de réserve

Si le broyage des pièces entières n'est pas possible, le prélèvement des fractions plastiques de 20-50mm devra se faire à l'aide d'une pince (ou autres outils) sur chaque coque constituant le lot afin de constituer 4 échantillons représentatifs de 5 litres.

6. Analyses chimiques en laboratoire

- Les échantillons constitués seront analysés par un laboratoire pouvant répondre aux critères suivants : La teneur en Brome (Br), selon la norme EN 14582 ou la norme EN 15309
- La teneur en Trioxyde d'Antimoine (Sb₂O₃), selon la norme– NF EN 13656 + NF EN ISO 11885 ou selon la norme EN 15309
- La teneur en polybromodiphényléthers (PBDE), de mono à décaBDE, selon la norme IEC 62321 (NF EN 62321 - Produits électrotechniques - Détermination des niveaux en six substances réglementées (plomb, mercure, cadmium, chrome hexavalent, diphényles polybromés, diphényléthers polybromés) et norme spécifique pour PBB et PBDE - NF EN 62321-6 Octobre 2015
- Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques - Partie 6 : diphényles polybromés et diphényléthers polybromés dans des polymères par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) -

Les résultats seront exprimés en PBDE totaux et par nature de PBDE (mono à décaBDE) ; la somme des PBDE réglementés POP devra être indiquée.

- La teneur en polybromobiphényle (PBB), de mono à décaBB, selon la norme (NF EN 62321-6 Les résultats seront exprimés en PBB totaux et par nature de PBB (mono à décaBB)
- La teneur en TBBPA selon une méthode interne dérivée de la méthode normalisée IEC 62321-6
- La teneur en HBCDD selon une méthode interne dérivée de la méthode normalisée IEC 62321-6

Pour chaque échantillon, le laboratoire devra produire un résultat obtenu à **partir d'une seule prise d'essai**.

Pour chaque paramètre, le laboratoire retenu précisera le(s) protocole(s) d'analyse(s) retenu(s), l'incertitude mesure et les limites de quantification inférieures (le(s) niveau(x) de détection) .

Paramètres à analyser – nombre d'échantillons par fraction :

Phases / fractions	Nombre d'échantillons	Paramètres à analyser
N°1 – fraction entrante	1	Taux de brome
N°3 – fraction < 2000 ppm	3	Taux de brome
N°3 – fraction > 2000 ppm	1	-Taux de brome -Taux de Sb (Sb ₂ O ₃) -Somme des concentrations en PBB -Somme des concentrations en PBDE

		-Somme des concentrations en PBDE POP (TétraBDE+ PentaBDE + HexaBDE + HeptaBDE) et concentration en DécaPBDE - Concentration en RFB POP -Concentration en TBBPA et HBCDD
--	--	--

7- Traitement des données

Les résultats d'analyses seront partagés avec les Eco-organismes pour statuer sur la qualification à attribuer aux fractions plastiques avant et après tri.

Les conclusions de l'interprétation des résultats devront se prononcer avant et après tri sur :

- La teneur en Brome
- La détermination du caractère dangereux / non dangereux
- La détermination du caractère POP/ non POP

Protocoles de contrôle de la qualité

Objectif :

Contrôler que le tri des plastiques bromés est toujours bien réalisé et que la fraction bromée est bien orientée vers la filière adaptée.

Fréquence : Analyse annuelle

Protocole : Idem protocole utilisé pour la qualification des fractions.