



24955 RM



Agence de l'eau
Adour-Arno-Garonne

Programme AGRICE
Convention de recherche
N°00 01 013

IMPACT ENVIRONNEMENTAL
DE LUBRIFIANTS MINÉRIELS VEGETALE
UTILISES DANS L'EXPLOITATION FORESTIERE

RAPPORT FINAL

Juin 2001

Christine CECUTTI
Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle
UMR 1010 INRA/INPT-ENSIACET
118, route de Narbonne
31077 Toulouse Cedex 04

I INTRODUCTION	4
II MATERIEL ET METHODES	6
II.1 Biodégradabilité primaire	6
II.1.1 Etude en lysimètres.....	6
a) Choix des sols	6
b) présentation des deux sites expérimentaux	7
i) site d'Escource dans les Landes	7
site de Fabas en Ariège	8
c) Simulation de la pluviosité.....	9
d) Relèvement des lysimètres et description de l'installation	9
e) Vérification du bon comportement hydrodynamique des lysimètres.....	10
f) Traitement des lysimètres –prélèvement des échantillons de sol	11
ii) Recueil des eaux de percolation	11
II.1.2 Extraction des produits du sol	11
a) Méthode au soxhlet	12
h) Méthode ASE (Accelerated Solvant Extraction)	12
II.1.3 Analyse des eaux de percolation : extraction liquide-liquide	12
II.1.4 Analyses chromatographiques en phase gazeuse.....	13
a) Choix de la colonne.....	13
h) Analyse	13
c) Etalonnage	14
II.2 Biodégradabilité ultime	14
II.2.1 En milieu sol	14
a) Dispositif expérimental.....	14
b) Dosage du CO ₂ dégagé	16
i) Traitement de l'eau en amont	16
ii) Mesure du CO ₂ dégagé par titrimétrie	17
iii) Analyse par conductimétrie	17
II.2.2 En milieu liquide (OCDE 301 B)	18
II.3 Ecotoxicité	18
II.3.1 Sur les micro-organismes du sol	18
a) Isolement et dénombrement	18
i) Echantillonnage	18
ii) Traitement de l'échantillon	19
iii) Milieux de culture	19
iv) Ensemencement.....	19
v) Dénombrement et isolement	19
b) Test d'écotoxicité	20



n° 24955

i) Les fluides hydrauliques testés	20
iii) Méthode d'inoculation et conditions d'incubation	20
11.3.2 Sur les organismes aquatiques	20
a) Algues : Détermination de l'inhibition de la croissance de <i>Selenastrum capricornutum</i> selon la ligne directrice de l'OECD 201	20
b) Daphnies : Détermination de l'inhibition de la mobilité de <i>Daphnia Magna</i> selon la ligne directrice de l'OECD 202	22
c) Poissons : Détermination de la toxicité aiguë sur <i>Brachydanio rerio</i> selon la ligne directrice de l'OECD 203	23
III RESULTATS ET DISCUSSION	25
m.i ANALYSES CHIMIQUES	25
a) Analyse élémentaire	25
b) Analyses IR et RMN	26
III.2 Biodégradabilité primaire	26
III.2.1 Etalonnage en Chromatographie en phase gazeuse	26
III.2.2 Optimisation de l'extraction	31
a) Extraction liquide/ solide	31
i) Méthode au Soxhlet	31
ii) Méthode ASE	31
III.2.3 Suivi spatio-temporel des lubrifiants dans les lysimètres	31
III.2.4 Analyses des eaux de percolation	37
III.2.5 Conclusion sur la biodégradabilité primaire	38
III.3 Biodégradabilité ultime	38
III.3.1 En milieu soi	39
III.3.2 En milieu liquide (OCDE 301 B)	41
III.3.3 Conclusion sur la biodégradabilité ultime	43
m.4 Ecotoxicité	43
III.4.1 Sur les micro-organismes isolés des deux sols	43
III.4.2 Sur les algues, les crustacés et poissons	43
III.4.3 Conclusion sur l'écotoxicité	45
IV CONCLUSION GENERALE	45
V BIBLIOGRAPHIE	47

I INTRODUCTION

Dans le domaine de l'exploitation forestière différentes huiles sont utilisées, notamment les huiles de chaînes de tronçonneuses (9 millions de tonnes) et les fluides hydrauliques pour les engins forestiers (3000 tonnes). La totalité des huiles de chaînes de tronçonneuses est rejetée **sur** le sol et on estime le taux de perte des fluides hydrauliques entre **15 et 30 %**, ces pertes résultant essentiellement de la rupture accidentelle des flexibles. L'impact écologique est non négligeable puisque un litre de lubrifiant suffit à polluer un million de litres d'eau potable (Ceccaldi, **1995**). Outre cette pollution directe, les huiles usagées peuvent avoir des effets toxiques envers la faune et la flore. L'utilisation de fluides hydrauliques d'origine végétale en substitution des fluides traditionnels d'origine **pétrolière**, peut répondre au souci de protection environnementale en permettant de réduire les risques de pollution du sol, des eaux souterraines et des eaux de ruissellement. En effet ils sont appréciés pour leurs caractères biodégradable et non toxique pour l'environnement et pour l'homme (Ceccaldi, **1995**). Une campagne de démonstration des propriétés lubrifiantes de ces composés a été réalisée **dans** le cadre d'un programme AGRICE : « Réalisation d'une campagne d'essais sur machines forestières de lubrifiants biodégradables d'origine naturelle ». Ces tests réalisés sur des machines forestières ont permis de quantifier les retombées positives sur les plans technique et économique.

Le présent projet vise à compléter ce premier programme afin de démontrer cette fois les qualités environnementales des biolubrifiants forestiers, tant en terme de biodégradabilité qu'en matière d'écotoxicité sur la faune et la microflore environnantes.

L'étude avait pour objectif de mettre en avant les atouts environnementaux de **trois** fluides hydrauliques d'origine végétale et de les comparer à un lubrifiant d'origine minérale couramment utilisé. Les sociétés TOTAL-FINA-ELF, TECNOL et IGOL lubrifiants disposent actuellement d'huiles lubrifiantes d'origine végétale, respectivement **TMP 46, Héliante TRF et Bioluble HETG 346**, qui possèdent les qualités requises pour se substituer aux bases conventionnelles. Ces 3 biolubrifiants ont donc été étudiés ainsi que le fluide conventionnel **Mobilfluide** de la société MOBIL.

Le suivi du devenir d'un **composé** dans le sol englobe les processus de biodégradation et de migration du composé parent et des sous-produits de dégradation éventuellement **mis** en évidence. En effet on peut comprendre qu'il ne suffit pas de

s'assurer de la disparition du composé pour **affirmer** qu'il n'est pas dangereux pour l'environnement, encore faut-il contrôler l'impact des métabolites générés lors de la biodégradation. De plus, lorsque le composé est formulé, comme c'est le cas des lubrifiants étudiés dans ce projet, les caractères polluant ou toxique peuvent provenir des additifs qui entrent pour environ 10% dans la composition de la formule finale.

Un paramètre important à prendre en compte pour évaluer l'**impact** environnemental **d'un** composé déposé sur le sol, est **sa** localisation géographique au cours du temps. En premier lieu il faut savoir si le produit pénètre dans le sol ou s'il est entraîné par les eaux de ruissellement vers les cours d'eau, auquel cas il conviendra d'étudier **sa** biodégradation en milieu aqueux et de s'assurer qu'il n'est **pas toxique** envers les organismes vivants dans les rivières. En revanche si le composé pénètre dans le sol, un suivi spatio-temporel permet de contrôler **sa** dégradation dans le temps et dans l'espace, une migration trop rapide avec les eaux de drainage conduisant à une pollution des eaux souterraines et des nappes phréatiques. Dans ce cas aussi, il est nécessaire de compléter les données de biodégradabilité par des études d'écotoxicité envers la faune et la flore du sol.

Ce projet a pris en compte toutes ces possibilités afin d'évaluer le réel impact environnemental de quatre lubrifiants utilisés dans le domaine de l'exploitation forestière. Il est **composé** de trois grandes parties :

- ✓ Suivi de la biodégradabilité primaire des huiles dans le sol.

Il **s'agit** là de mesurer la disparition des huiles dans le temps et dans l'espace, dans des colonnes de sols appelées lysimètres, et ceci en conditions naturelles simulées. La migration des produits à travers les colonnes de **sol** non perturbé est suivie dans le temps à l'aide d'analyses chromatographiques en phase gazeuse de chaque tranche de terre. D'autre part, le contrôle des teneurs en produits dans les eaux de percolation recueillies en bas de chaque colonne rend compte de l'éventuelle pollution des nappes phréatiques et des eaux souterraines.

- ✓ Evaluation de la biodégradabilité ultime des huiles avant et après usage,
 - b** en *milieu* sol d'après une méthode élaborée **par** le laboratoire de Chimie Agro-Industrielle
 - b** en *milieu* liquide d'après la ligne directrice OCDE 301B

✓ **Mesure de l'écotoxicité des huiles avant et après usage.**

9 sur une partie des *micro-organismes isolés du sol*

➤ sur des organismes aquatiques:

- les *algues* (OCDE 201)
- les daphnies (OCDE 202)
- les *poissons* (OCDE 203)

o

II MATERIEL ET METHODES

II.1 BIODÉGRADABILITÉ PRIMAIRE

11.1.1 Etude en lysimètres

L'étude menée sur des lysimètres, ou colonnes de sol, a pour objectif de suivre dans le temps la dégradation et la migration des fluides hydrauliques en fonction de la profondeur du sol. Ces expérimentations simulent en laboratoire les conditions réelles sur le terrain. Il a été décidé de choisir pour l'étude deux sols forestiers de nature très différente.

a) Choix des sols

Les deux sites forestiers de l'étude sont les suivants :

- un site présentant un sol sableux de pH acide sur lequel sont cultivés des conifères et
- un deuxième sol de constitution argileuse portant des feuillus.

Ces deux sols sont assez représentatifs des différents sols forestiers. Le sol sableux permet de réaliser les expérimentations dans des conditions maximales de lixiviation des produits, tandis que le sol argileux rend compte de conditions de lixiviation de moyenne amplitude.

Le sol sableux (pH de 4,5 environ) de type PODZOL a été prélevé dans les Landes sur le site d'Escources. Il a été choisi de façon à contenir la totalité des horizons pédologiques jusqu'à la nappe phréatique :

A₀ (quelques cm) : litière contenant des débris végétaux plus ou moins décomposés (noir)

A₁ : même composition que A₀ + sable silicieux (noir)

E : sable silicieux (gris)

B_h : acides humiques + Al + Fe liés à la matière organique (noir)

B_s : acides fulviques + Al et Fe liés à la matière organique en grande quantité (orange vif)

Nappe phréatique.

III.4.3 Conclusion sur l'écotoxicité

En conclusion de ces tests nous confirmons que les biolubrifiants ne sont pas toxiques envers les algues, les Daphnies et les poissons, même après usage. Ce caractère biocompatible a également été observé sur les micro-organismes qui ont été isolés des deux sols de l'étude.

IV CONCLUSION GENERALE

En conclusion, cette étude complète a permis de connaître le réel impact environnemental des lubrifiants utilisés dans l'exploitation forestière :

- Nous avons évalué précisément leur biodégradabilité primaire dans le sol dans lequel ils sont déposés lors de leur utilisation. Nous avons observé une meilleure dégradation des biolubrifiants (environ 88 %) par rapport au lubrifiant d'origine minérale (seulement 70 %) après **4 mois** d'expérimentation. Nous avons également mis en évidence une migration moyenne de ces produits sur les **50 premiers centimètres** en ce qui concerne les biolubrifiants et de **60 centimètres** pour l'homologue minéral. Enfin aucune trace de lubrifiants que ce soit d'origine végétale ou minérale n'a été retrouvée dans les eaux de percolation indiquant ainsi qu'il n'y aurait pas de risque de pollution des eaux souterraines et des **nappes** phréatiques.
- Les tests biodégradabilité ultime en milieu solide ont montré les mêmes tendances que les essais sur lysimètres, c'est à dire une meilleure biodégradabilité des biolubrifiants que du lubrifiant d'origine minérale. Mais cette fois la différence des taux de biodégradabilité est plus marquée (respectivement **60-64%** et **27-29%**), notifiant ainsi un large avantage **pour** les biolubrifiants.
- Les biolubrifiants ont montré également de forts taux de biodégradation en milieu liquide (méthode OCDE 301 B) : **78 à 97 %** , confirmant ainsi leur caractère très facilement biodégradable.

- On note également une tendance à la diminution de la biodégradabilité de tous les fluides étudiés après usage. Cependant cette tendance ne pénalise pas les biolubrifiants qui conservent des **taux** de biodégradation tout à fait intéressants.
- Enfin les tests d'écotoxicité pratiqués ont été représentatifs de tous les organismes susceptibles d'être touchés **par** les **lubrifiants** dans le milieu terrestre et aquatique. Ils ont montré que les biolubrifiants ne sont pas toxiques vis à vis des micro-organismes du sol **et** vis à vis des algues, des Daphnies et des **poissons**, et ceci avant **et** après usage. En revanche dans chaque cas le fluide d'origine minérale a présenté une certaine toxicité.

*Au terme de ce travail, nous avons montré les qualités environnementales de trois **biolubrifiants** utilisés en exploitation forestière, en terme de biodégradabilité dans différents **milieux** (sol et aqueux) et en terme d'écotoxicité sur la faune **et** la microflore environnantes. **Les biolubrifiants** sont des **composés** très facilement biodégradables à l'**aide** des processus **naturels** dans le sol et ils sont transformés en dioxyde de carbone ou incorporés dans la biomasse avant d'atteindre les eaux souterraines. L'utilisation de composés de ce type en foresterie semble être une excellente opportunité pour participer activement à la protection de l'environnement.*