

norme française

NF X 40-101
Juillet 2008

Indice de classement : **X 40-101**

ICS : 71.100.50

Produits de préservation du bois **Critères d'identification**

E : Wood preservatives — Identification criteria
D : Holzschutzmittel — Identifizierungsangaben

Norme française homologuée

par décision du Directeur Général d'AFNOR le 18 juin 2008 pour prendre effet le 18 juillet 2008.

Remplace la norme homologuée NF X 40-101, de mars 1986.

Correspondance

À la date de publication du présent document, il n'existe pas de travaux internationaux ou européens traitant du même sujet.

Analyse

Le présent document fixe la liste des critères minimaux d'identification physiques et chimiques des produits de préservation au moment de leur mise sur le marché, permettant de vérifier la constance de leurs propriétés physico-chimiques et chimiques dont découlent les propriétés biologiques et l'aptitude à l'emploi.

Descripteurs

Thésaurus International Technique : bois, protection, produit de préservation du bois, identification, caractéristique, caractéristique physico-chimique.

Modifications

Par rapport au document remplacé, révision des différents critères en fonction des directives européennes en vigueur.

Corrections

Éditée et diffusée par l'Association Française de Normalisation (AFNOR) — 11, rue Francis de Pressensé — 93571 La Plaine Saint-Denis Cedex
Tél. : + 33 (0)1 41 62 80 00 — Fax : + 33 (0)1 49 17 90 00 — www.afnor.org



Membres de la commission de normalisation

Président : M JEQUEL

Secrétariat : MME THOMASSIN — BNBA/FCBA

M	AGIER	SPB
MME	BERGERET	FCBA
M	BOISSAU	ARCH CHEMICALS
M	BOURGUIBA	OSMOSE
M	BRUNET-MANQUAT	V 33
MME	CANDORET	V 33
M	CHATENET	BLANCHON
M	CAZENEUVE	BASF AGRO SAS
M	CHEVALDONNET	UFC
M	CUBIZOLLES	DYRUP
M	DE BON	ARNAUD SA
M	DE LASSAT	Sté PIVETEAU
M	DEREUDRE	DOW
M	DEROUBAIX	FCBA
M	DERRIEN	KOATCHIMIE
M	DESJEUX	CECIL SA
M	DUPONT	DGCCRF
M	FOUQUET	CIRAD-FORET
M	GALLIEN	FNIB
M	HEISEL	FCBA
M	JEQUEL	FCBA
MME	KUTNIK	FCBA
MLLE	LE BAYON	FCBA
M	LIEUX	CECIL SA
MME	MESSAOUDI	BERKEM
M	NEVERS	OBBIA
M	PANTELAKIS	MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE
MME	PASCAL	NORISKO
M	PAULMIER	FCBA
MME	PINEAU	AFNOR
MME	RAPHALEN	FCBA
M	REYES	BLANCHON
MME	THEVENON	CIRAD-FORET
M	THYEBault	V33
M	WIELEZYNSKI	BNBA/ FCBA
M	WOZNIAK	DYRUP
M	ZERGUINI	ICI-PAINTS



Sommaire

	Page
Avant-propos	4
Introduction	4
1 Domaine d'application	4
2 Références normatives	4
3 Termes et définitions	5
4 Critères minimaux physico-chimiques exigibles pour l'identification d'un produit de préservation du bois	5
4.1 Généralités	5
4.2 Exigences concernant le dosage quantitatif des matières actives dans les produits de préservation .	6
4.2.1 Validation des méthodes de dosages	6
4.2.2 Dosage des matières actives déclarées dans le produit de préservation	7
5 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Critères de validation d'une méthode de dosage quantitatif dans un produit de préservation	8
Annexe B (informative) Critères de conformité des résultats d'analyse dans un produit de préservation	9
Bibliographie	10



Avant-propos

Le présent document a pour but d'établir pour chaque nature et présentation de produits de préservation, des critères minimaux physico-chimiques et chimiques d'identification pertinents. Ces essais permettent de répondre à certaines exigences de la Directive 98/8/CE traitant de la mise sur le marché de produits biocides.

Par ailleurs, le présent document s'inscrit dans un ensemble de documents normatifs relatifs à la préservation du bois et concernant les produits de préservation du bois :

- essais physico- chimiques (NF X 41-580 parties 1 à 10) ;*
- étiquetage informatif pour utilisateurs professionnels (NF X 40-102, NF EN 599-2) ;*
- critères d'évaluation des produits de préservation du bois en fonction des classes d'emploi du bois (NF EN 599-1).*

Introduction

Le présent document fixe la liste des critères minimaux d'identification des produits de préservation au moment de leur mise sur le marché, permettant ainsi par exemple de vérifier la constance de certaines caractéristiques physico-chimiques et chimiques dont découlent les propriétés biologiques et l'aptitude à l'emploi :

- Les matières actives (formule chimique — teneur et tolérance),
- Les critères physico-chimiques.

1 Domaine d'application

Le présent document s'applique à tous les produits de préservation liquides tels que définis dans l'Article 3.

NOTE Pour les produits de préservation des bois qui ne sont pas liquides (exemple : poudres), il appartient à l'expérimentateur ou au demandeur de l'essai, de déterminer les essais pertinents pour l'identification de la formulation.

Elle s'applique aux produits de protection de la surface du bois (par exemple lasures, peintures), revendiquant une activité biocide dans le cadre des produits de type 8 de la Directive 98/8 CE concernant la mise sur le marché des produits biocides.

Il convient de respecter les règlements relatifs à la toxicité vis-à-vis de l'homme et de l'environnement.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

NF EN ISO/CEI 17025, *Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.*

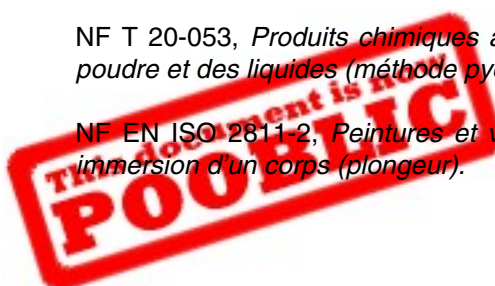
NF EN ISO 13736, *Produits pétroliers et autres liquides — Détermination du point d'éclair en vase clos.*

NF EN ISO 2719, *Détermination du point d'éclair – Méthode PENSKY-MARTENS de vase clos.*

NF T 01-013, *pH-métrie — Mesure électrométrique du pH au moyen d'une électrode de verre — Vocabulaire et méthode de mesure.*

NF T 20-053, *Produits chimiques à usage industriel — Détermination de la masse volumique des solides en poudre et des liquides (méthode pycnométrique).*

NF EN ISO 2811-2, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 2 : Méthode par immersion d'un corps (plongeur).*



NF EN ISO 1523, *Détermination du point éclair par méthode à l'équilibre en vase clos.*

NF EN ISO 3251, *Peintures, vernis et plastiques — Détermination de l'extrait sec.*

NF EN 12092, *Adhésifs — Détermination de la viscosité.*

NF EN ISO 2431, *Peintures et vernis — Détermination du temps d'écoulement au moyen de coupes d'écoulement.*

NF EN 14370, *Agents de surface — Détermination de la tension superficielle.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

produit de préservation du bois

préparation contenant une ou des matières actives dans l'état où elle est mise sur le marché, destinée soit à prévenir les attaques du bois ou des produits à base de bois, par des organismes lignivores ou de discoloration du bois (champignons, insectes et térébrants marins), soit à remédier à ces attaques

3.2

produit de préservation en solvant organique (ou solvant pétrolier)

préparation constituée d'une solution homogène en solvant organique

3.3

produit de préservation hydrosoluble

préparation constituée d'une solution aqueuse homogène

3.4

émulsion

système dispersé comportant deux phases liquides non miscibles appelées symboliquement eau (E) et huile (H).

NOTE Comprend les systèmes thermodynamiquement instables qui se séparent plus ou moins rapidement en deux phases, et les systèmes thermodynamiquement stables appelés microémulsions, qui sont des mélanges monophasiques dans lesquels un tensioactif particulièrement performant rend possible la coexistence, à l'échelle quasi moléculaire, des phases E et H.

3.5

suspension

système hétérogène comportant des particules solides dispersées dans une phase liquide (eau ou huile), avec l'utilisation de certains excipients ou agents de suspension

4 Critères minimaux physico-chimiques exigibles pour l'identification d'un produit de préservation du bois

4.1 Généralités

Avant de procéder aux essais, l'expérimentateur peut s'appuyer sur la norme NF EN ISO 1513 pour examiner les échantillons.

Certaines préparations peuvent présenter des caractéristiques mixtes (exemple : suspension/émulsion), qui doivent être signalées.



Les critères minimaux physico-chimiques exigibles pour l'identification d'un produit de préservation du bois, sont indiqués dans le Tableau 1, par nature et type :

Tableau 1 — Critères minimaux exigibles pour l'identification d'un produit de préservation du bois

Critères minimaux	Produit de préservation concentré et prêt-à-l'emploi		
	Hydrosoluble	Solvant pétrolier	Émulsion Suspension
Matières actives	Formule chimique des matières actives avec n° CAS/EINECS Teneur par matière active avec la tolérance, exprimée en pourcentage masse/masse		
Critères physico-chimiques (norme)	Masse volumique (NF T 20-053 ou NF EN ISO 2811-2)		
	Extrait sec (selon NF EN ISO 3251 pendant 16 heures à 120 °C en dérogation à l'Annexe A)		
	—	Point d'éclair (3 possibilités) : — De 30 à 80 °C : NF EN ISO 13736 (Abel) ¹⁾ — De – 30 à 110 °C : NF EN ISO 1523 ¹⁾ — De 10 à 110 °C : NF EN ISO 2719 (Pensky Martens) ²⁾	
	pH de la solution (NF T 01-013)	—	pH de la solution (NF T 01-013)
	Viscosité (méthode du viscosimètre rotatif NF EN 12092) ou Temps d'écoulement (NF EN ISO 2431) ³⁾		
	Tension de surface par la méthode de l'anneau de Du Nouÿ (NF EN 14370)		
1) Pour les produits à solvants pétroliers uniquement.			
2) Ne pas utiliser de source de chaleur à brûleur à flamme nue.			
3) Cette méthode est utilisée notamment pour les produits présentant un comportement proche de celui de l'eau.			

4.2 Exigences concernant le dosage quantitatif des matières actives dans les produits de préservation

4.2.1 Validation des méthodes de dosages

Le dosage quantitatif doit s'effectuer à l'aide de méthodes d'analyse validées, conformément au paragraphe 5.4 de la norme NF EN ISO/CEI 17025, avec au minimum, les critères de validation suivants :

- Spécificité,
- Fonction de réponse,
- Justesse à la valeur cible,
- Fidélité à la valeur cible.

Des critères d'acceptation sont proposés en Annexe A.



4.2.2 Dosage des matières actives déclarées dans le produit de préservation

Le dosage des matières actives dans le produit de préservation peut ensuite s'effectuer sur six prises d'essai. Le résultat peut alors s'exprimer avec une moyenne et un coefficient de variation.

Des critères de conformité sur les résultats d'analyse sont proposés en Annexe B.

5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit au moins comprendre les mentions suivantes :

- rapport d'essai suivant la norme NF X 40-101 pour les critères d'identification d'un produit de préservation ;
- nom du laboratoire ayant fait les essais ;
- personne physique ou morale qui l'a établi ;
- date ;
- demandeur de l'essai ;
- désignation commerciale complète du produit de préservation, à défaut, appellation d'essai, communiquée par le fabricant ;
- présentation du produit ;

NOTE L'expérimentateur peut s'appuyer sur la norme NF EN ISO 1513 pour traiter ce point.

- nature (solvant pétrolier, hydrosoluble, émulsion, suspension) et type de produit (concentré, prêt-à-l'emploi) ;
- numéro de lot, ainsi que toutes les références relatives au produit soumis à essai ;
- résultats de la validation de méthodes de dosage des matières actives déclarées dans le produit ;
- résultats des analyses, avec les méthodes utilisées ;
- résultats des critères physico-chimiques avec les normes utilisées.



Annexe A

(informative)

Critères de validation d'une méthode de dosage quantitatif dans un produit de préservation

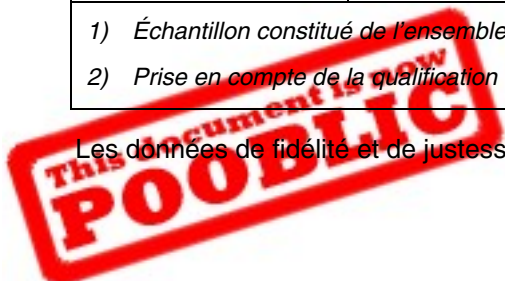
Le Tableau A.1 propose pour chaque critère de validation, un critère d'acceptation. Il présente également un protocole expérimental et les données qui peuvent être indiquées dans le rapport d'essai.

Il s'appuie sur des références indiquées en bibliographie.

**Tableau A.1 — Critères de validation pour un dosage quantitatif de matières actives
dans un produit de préservation du bois**

Critères de validation	Protocole expérimental	Critères d'acceptation
Spécificité	Un blanc de matrice ¹⁾ (donner le spectre dans le rapport)	Conforme si absence d'interférence Conforme si interférence < 3 % (en réponse) Non conforme si interférence > 3 % : — revoir la méthode — si impossible, prise en compte dans le critère de justesse (avec le biais)
Fonction de réponse	5 points de gamme (une seule injection par point ²⁾) 2 séries Intervalle de mesure : valeur cible +/- 20 % Calcul de l'équation de la courbe d'étalonnage et du coefficient de corrélation (insérer dans le rapport la courbe d'étalonnage et l'enregistrement d'un point de gamme)	Validation du modèle linéaire du type $y = bx$ ou $y = bx + a$ $R^2 > 0,99$
Justesse	2 séries de 6 matrices dopées à la valeur cible Calcul du taux de recouvrement moyen et de l'intervalle de confiance	Taux de recouvrement moyen conforme aux exigences COPR 1986 Étude du biais (test de Student) sur 10 résultats ($n - 2$) : — Pas de biais si non significatif — Biais à prendre en compte dans le résultat final si significatif
Fidélité	À partir des données de justesse, calcul du coefficient de variation de répétabilité CV_r (%) et du coefficient de variation de fidélité intermédiaire CV_{FI} (%)	Critères d'acceptation selon les équations d'Horwitz : $CV_r < 2^{(1 - 0,5\log C)} \times 0,67$ $CV_{FI} < 2^{(1 - 0,5\log C)}$ où C est la concentration en matière active
1) Échantillon constitué de l'ensemble des composants du produit biocide sans les substances actives. 2) Prise en compte de la qualification opérationnelle de l'équipement d'analyse.		

Les données de fidélité et de justesse peuvent être utilisées pour estimer l'incertitude (ISO/TS 21748).



Annexe B

(informative)

Critères de conformité des résultats d'analyse dans un produit de préservation

Le dosage des matières actives dans le produit de préservation peut ensuite s'effectuer sur six prises d'essai. Le résultat peut alors s'exprimer avec une moyenne et un coefficient de variation. L'écart entre la valeur déclarée et la teneur retrouvée par analyse est ensuite calculé en pourcentage.

Les critères de conformité des résultats des dosages quantitatifs des matières actives déclarées sont indiqués dans le Tableau B.1, en fonction de la teneur.

Tableau B.1 — Critères de conformité des résultats des dosages quantitatifs

Teneur en matières actives	Intervalle de conformité par rapport à la valeur déclarée
$X > 50 \text{ \% m/m}$	$\pm 2,5 \text{ \%}$
$25 < X \leq 50 \text{ \% m/m}$	$\pm 5,0 \text{ \%}$
$10 < X \leq 25 \text{ \% m/m}$	$\pm 7,0 \text{ \%}$
$2,5 < X \leq 10 \text{ \% m/m}$	$\pm 10,0 \text{ \%}$
$1,0 < X \leq 2,5 \text{ \% m/m}$	$\pm 15,0 \text{ \%}$
$0,5 < X \leq 1,0 \text{ \% m/m}$	$\pm 20,0 \text{ \%}$
$0,1 < X \leq 0,5 \text{ \% m/m}$	$\pm 30,0 \text{ \%}$
$X \leq 0,1 \text{ \% m/m}$	Quantification de l'ordre de grandeur

Il est recommandé de prendre en compte l'incertitude U de la méthode de dosage lors de l'examen de la conformité des résultats d'analyse.

Le coefficient de variation sur les six répliquats peut également être examiné par rapport à l'homogénéité du produit de préservation soumis à essai. L'équation d'Horwitz peut être utilisée :

$$CV < 2^{(1 - 0,5 \log C)} \times 0,67$$

où :

C est la concentration en matière active,

CV est le coefficient de variation sur les 6 répliquats.



Bibliographie

- [1] Guidelines for validation of analytical methods for non- agricultural pesticide active ingredients and products (COPR 1986).
- [2] Validation des procédures analytiques quantitatives. Harmonisation des démarches. Commission SFSTP-STP Pharma Pratiques volume 13 — N° 3 — Mai/Juin 2003.
- [3] Directive 91/414/CE concernant la mise sur le marché des produits phytopharmaceutiques.
- [4] Directive 98/8/CE concernant la mise sur le marché des produits biocides.
- [5] Technical Material and Preparations (SANCO/3030/99 rev.4 11/07/00).
- [6] Guide EURACHEM/ CITAC 2^e édition.
- [7] ISO/TS 21748, *Lignes directrices relatives à l'utilisation d'estimations de la répétabilité, de la reproductibilité et de justesse dans l'évaluation de l'incertitude de mesure.*
- [8] XP T 90-210:1999, *Qualité de l'eau – Protocole d'évaluation d'une méthode alternative d'analyse physico-chimique quantitative par rapport à une méthode de référence.*
- [9] NF V 03-110:1998, *Analyse des produits agricoles et alimentaires — Protocole de validation intralaboratoire d'une méthode alternative par rapport à une méthode de référence, Cas des méthodes d'analyses quantitatives.*
- [10] Technical Monograph n°2, 5th edition (March 2002) — Catalogue of pesticide formulation types and international coding system (CROPLIFE INTERNATIONAL).
- [11] NF EN ISO 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais.*
- [12] Guide à l'intention des responsables de la mise sur le marché de produits biocides — Lignes directrices sur l'étiquetage des produits biocides sur le marché en France (MEDAD — Août 2007).

