

Rapport d'étude

Évaluation du potentiel de danger de
résidus de papier de Gypse,
potentiellement valorisé comme matériel
de litière animale

Étude réalisée à la demande de Suzanne Burelle, direction des Matières résiduelles

Septembre 2019

Table des matières

1. INTRODUCTION	1
1.1. PROBLÉMATIQUE.....	1
1.2. OBJECTIF DE L'ÉTUDE.....	2
2. MÉTHODOLOGIE	3
2.1. ÉCHANTILLONNAGE DES RÉSIDUS DE PAPIER GYPSE	3
2.2. PRÉPARATION DES RÉSIDUS DE PAPIER DE GYPSE	4
2.3. PRÉPARATION DES LIXIVIATS DE RÉSIDUS DE PAPIER DE GYPSE	4
2.4. CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE	4
2.5. ESSAIS DE TOXICITÉ	ERREUR ! SIGNET NON DÉFINI.
3. RÉSULTATS	7
3.1. PRÉSENCE DE CORPS ÉTRANGERS.....	7
3.2. CARACTÉRISATION CHIMIQUE DES RÉSIDUS DE PAPIER DE GYPSE	7
3.3. CARACTÉRISATION CHIMIQUE DES LIXIVIATS.....	10
3.4. POTENTIEL TOXIQUE.....	10
4. CONCLUSION	2
5. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	3

Liste des tableaux

Tableau 1 – Méthodes utilisées pour analyser les paramètres physico-chimiques dans les résidus de papier de gypse.	5
Tableau 2 – Méthodes utilisées pour analyser les paramètres physico-chimiques dans les lixiviats des résidus de papier de gypse.....	5
Tableau 3 – Méthodes utilisées pour réaliser les essais de toxicité avec les lixiviats ou les résidus de papier de gypse.	6
Tableau 4 – Concentrations de métaux extractibles dans le gypse propre, exprimées en mg/kg (^a : supérieure au critère A du Guide d'intervention pour la protection des sols et la réhabilitation des terrains contaminés ; ^b : supérieure au critère « Terreau » du Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes).	8
Tableau 5 - Concentrations en polybromodiphényles éthers (PBDE) dans des résidus de gypse, exprimées en µg/kg (¹ : valeurs seuils pour les sols en milieu résidentiel, proposées par US EPA, 2017).....	9
Tableau 6 – Caractérisation physico-chimique des lixiviats du papier de gypse propre (PPG – Propre) et du résidu de papier de gypse 9 (PPG – 9).	10
Tableau 7 – Résultats des essais de toxicité sur le résidu PPG – 9, le papier de gypse propre et leurs lixiviats (CI ₂₅ ou 50 : concentration inhibitrice pour 25 ou 50 % des organismes ; CL ₅₀ : concentration létale pour 50 % des organismes ; * : significativement différent du témoin, test de Student, p < 0,05).	11
Tableau 8 - Résultats des essais de toxicité complémentaires sur le ver de terre (* : significativement différent du témoin, test de Student, p < 0,05).....	11

Liste des figures

Figure 1 – Représentation schématique de la problématique.....	1
Figure 2 – Plan du centre de conditionnement du gypse de la compagnie Recycle Gypse Québec (Chamard Stratégies environnementales, 2018).....	3
Figure 3 – Localisation des échantillons de papiers de gypse usagés.	4
Figure 4 – Concentrations en sulfates, en soufre total et en calcium dans les résidus de papier de gypse, exprimées en mg/kg.....	7
Figure 4 – Concentrations en métaux extractibles dans les résidus de papier de gypse, exprimées en mg/kg.	8

1. INTRODUCTION

1.1. Problématique

Les entreprises sont de plus en plus à la recherche d'options pour détourner les matières résiduelles de l'élimination. Depuis quelques années, différentes matières absorbantes ont été dirigées vers le secteur agricole pour être utilisées comme matériel de litière pour les animaux de ferme.

L'entreprise Recycle Gypse Québec récupère les panneaux de gypse issus des chantiers de construction et de démolition, puis traite le matériau pour séparer le gypse du papier. Généralement, les panneaux de gypse issus des usines de fabrication et des sites de construction ne sont pas ou peu contaminés. Cependant, les panneaux issus des sites de démolition ou de rénovation peuvent contenir des contaminants issus du ruban adhésif, des composés utilisés pour faire les joints entre les panneaux, des peintures, qui avant 1978 contenaient du plomb, ainsi que des moisissures (Ndukwe et Yuan, 2016).

L'entreprise souhaite valoriser les résidus de papier de gypse comme matériel de litière pour les animaux de ferme pour absorber l'humidité. Après usage, ces résidus seraient intégrés au fumier et pourraient, donc, être épandus sur les champs agricoles (Figure 1).

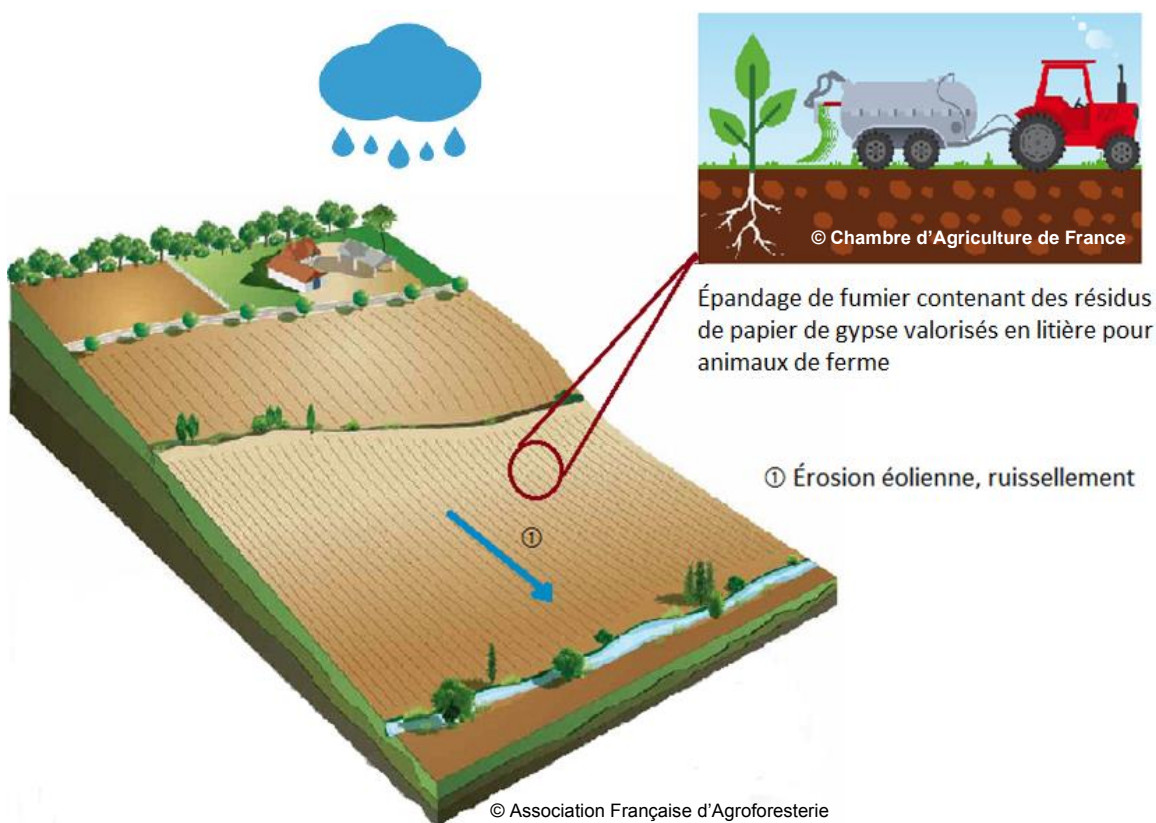


Figure 1 – Représentation schématique de la problématique.

Cependant, ces matières peuvent contenir des contaminants (ex. : résidus de peinture) dont l'innocuité environnementale n'a pas été démontrée. Ainsi, ces résidus de papier sont des matières résiduelles selon la Loi sur la qualité de l'environnement et pour en permettre l'utilisation

comme matériel de litière, le ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (MELCC) doit obtenir les informations permettant d'établir l'innocuité environnementale de ceux-ci, que ce soit lors de leur utilisation comme matériel de litière ou lors de leur épandage avec le fumier.

1.2. Objectif de l'étude

A la demande de la direction des Matières résiduelles, le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) a procédé à une étude préliminaire visant à évaluer le danger pour l'environnement associé à l'épandage de fumier contenant des résidus de papier de gypse, valorisés comme litière pour animaux de ferme. Cette approche comprend plusieurs étapes :

- Caractériser la présence des contaminants susceptibles d'être présents dans les résidus de papier de gypse ;
- Déterminer si les contaminants présents dans les résidus de papier de gypse sont mobiles et pourraient, par conséquent, rejoindre le milieu aquatique après épandage de fumier contenant des résidus de papier de gypse à cause de la pluie ou d'eaux de ruissellement ;
- Déterminer le potentiel toxique des résidus de papier de gypse pour des organismes terrestres et aquatiques, représentatifs des organismes présents dans l'environnement agricole.

Ainsi, des échantillons de résidus de papier de gypse et leurs lixiviats ont été analysés pour leurs contenus en contaminants, puis soumis à des essais de toxicité terrestres et aquatiques, sur des organismes de différents niveaux trophiques. La lixiviation à l'eau a été utilisée pour simuler l'eau de pluie ou les eaux de ruissellement qui pourraient entrer en contact avec les résidus. Les essais de toxicité terrestre ont été utilisés pour simuler l'épandage de fumier contenant la litière animale de résidus de papier de gypse. Les essais de toxicité aquatique ont été utilisés pour simuler une eau ruisselant sur un tas de fumier contenant de la litière animale constituée de résidus de papier de gypse ou sur le fumier épandu et qui rejoindrait un milieu aquatique.

Il convient de souligner que, si un contaminant, non identifié, donc non analysé, est présent dans les résidus, son potentiel toxique pourra être évalué à l'aide des essais de toxicité. En effet, ces outils permettent d'intégrer les effets de plusieurs substances toxiques sur les organismes, y compris celles qui ne sont pas analysées.

2. MÉTHODOLOGIE

2.1. Échantillonnage des résidus de papier gypse

Dix-huit (18) échantillons de papiers de gypse usagés ont été prélevés au centre de conditionnement du gypse de la compagnie Recycle Gypse Québec (Delson, Qc), le 31 juillet 2018 (Chamard Stratégies environnementales, 2018).

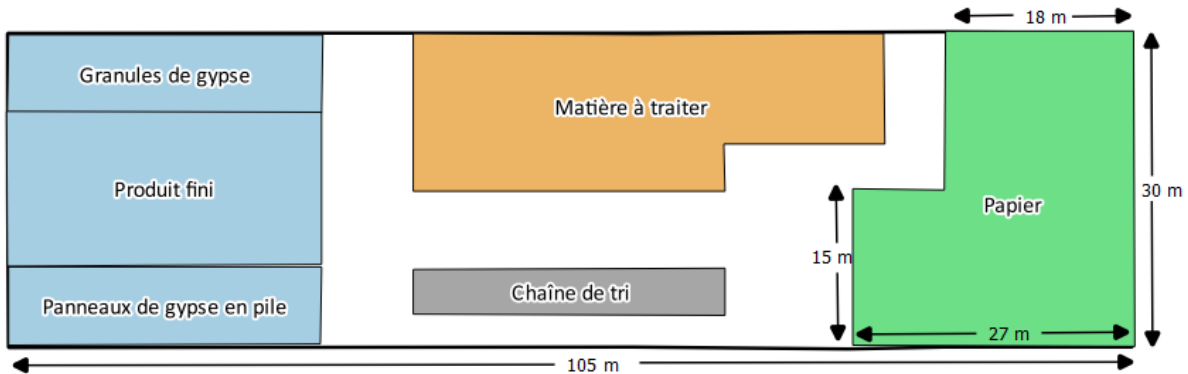


Figure 2 – Plan du centre de conditionnement du gypse de la compagnie Recycle Gypse Québec (Chamard Stratégies environnementales, 2018).

L'échantillonnage a été effectué en respect des procédures décrites dans les cahiers 1, 5 et 8 du Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales (MDDEP, 2008a, b ; MDDEP, 2009). Une approche d'échantillonnage aléatoire systémique avec le prélèvement d'un échantillon ponctuel et d'un duplicata a été adoptée dans chaque zone d'échantillonnage de la zone « Papier » (Figure 2), tel qu'indiqué sur la Figure 3.

Dans un deuxième temps, des échantillons de gypse propre (1 à 4) et de papier de gypse propre (PPG-Propre) ont été acheminés aux laboratoires du CEAEQ pour que le MELCC soit en mesure de déterminer si certains métaux, comme le mercure, sont issus du gypse ou du papier ou si leur présence est due à de la peinture ou à des contaminants non identifiés.

Les échantillons ont été placés dans des chaudières de 18 litres, neuves et fermées hermétiquement, puis acheminés au CEAEQ où ils ont été stockés à température ambiante ($20 \pm 2^\circ\text{C}$).

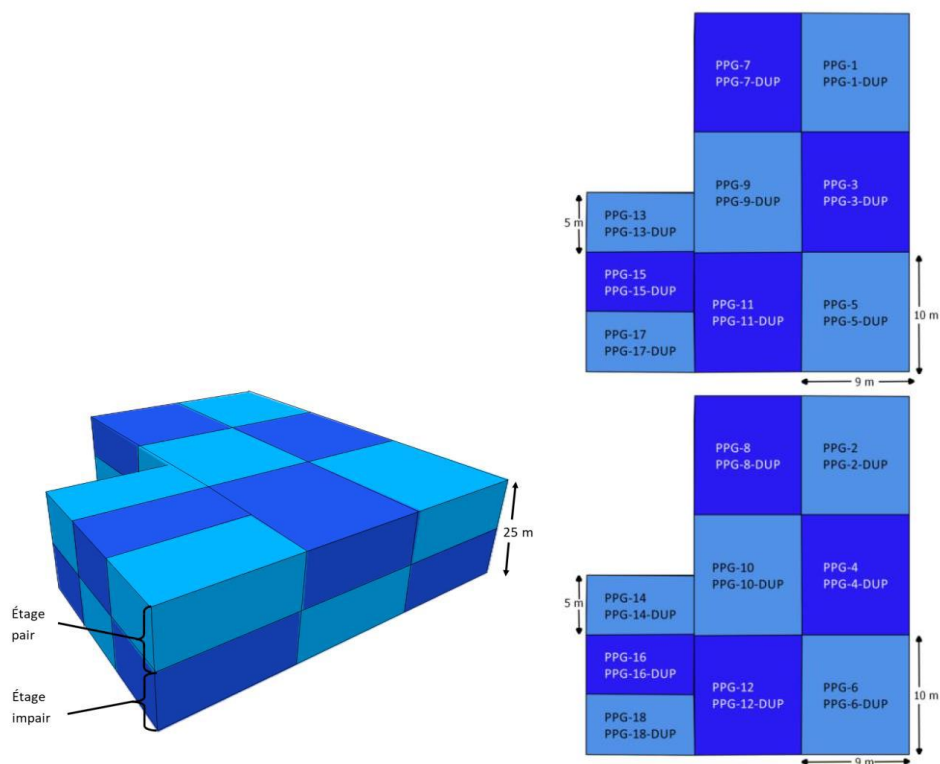


Figure 3 – Localisation des échantillons de papiers de gypse usagés.

2.2. Préparation des résidus de papier de gypse

Des sous-échantillons des résidus de papiers de gypse ont été broyés au CEAEQ (broyeur RETSCH GM 300, lame en acier inoxydable), afin d'obtenir une matrice ressemblant à des flocons de papier, correspondant à ce qui serait utilisé comme litière pour animaux de ferme. Les corps étrangers (ex. : morceaux de bois ou de métal) ont été retirés des échantillons avant broyage. Ces sous-échantillons broyés ont ensuite été caractérisés chimiquement et toxicologiquement.

2.3. Préparation des lixiviats de résidus de papier de gypse

Des lixiviats ont été produits pour chaque échantillon de résidus de papier de gypse, ainsi que pour l'échantillon de papier de gypse propre, à l'aide d'un protocole de lixiviation permettant d'obtenir des matrices compatibles avec la réalisation d'essais de toxicité aquatique (CEAEQ, 2012a).

Étant donné que les résidus absorbaient fortement l'eau de lixiviation, empêchant ainsi la production de lixiviats, les résidus ont été saturés en eau (25 g de gypse pour 75 ml d'eau ultrapure) avant de procéder à la lixiviation (ratio 1:10, c'est-à-dire 100 g de solide pour 1 l d'eau ultrapure, 2 h, 20 °C ± 2 °C, roue de lixiviation : 20 tours/min). Les lixiviats ont ensuite été conservés à l'abri de la lumière, à 4°C, jusqu'à la réalisation des analyses chimiques et des essais de toxicité aquatique.

2.4. Caractérisation physico-chimique

La caractérisation chimique des résidus de papier de gypse a été réalisée par étape. En premier

lieu, les analyses du soufre total, des sulfates et des métaux extractibles ont été réalisées sur les 18 échantillons de résidus de papier de gypse ainsi que sur l'échantillon de papier de gypse propre. En fonction des résultats obtenus et des informations disponibles sur l'origine des matières, six échantillons ont été sélectionnés au hasard pour rechercher la présence des polybromodiphényles éthers (PBDE) qui auraient pu être appliqués sur les panneaux de gypse pour les rendre ignifuges, avant leur utilisation en construction. Cette analyse a également été réalisée sur l'échantillon de papier de gypse propre.

Les méthodes utilisées pour ces analyses sont présentées dans le Tableau 1.

Tableau 1 – Méthodes utilisées pour analyser les paramètres physico-chimiques dans les résidus de papier de gypse.

Paramètre	Méthode	Référence
Soufre total	Dosage par spectrométrie infrarouge MA. 310 – CS 1.0	CEAEQ, 2013a
Sulfates disponibles	Dosage par chromatographie ionique MA. 300 – Ions 1.3	CEAEQ, 2014a
Métaux extractibles	Dosage par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon MA. 200 – Met. 1.2	CEAEQ, 2014b
Polybromodiphényles éthers (PBDE)	Détermination des polybromodiphényléthers : dosage par chromatographie gazeuse couplée à un spectrométrie de masse MA. 400 – PBDE	CEAEQ, 2019

Les paramètres ont été analysés dans les lixiviats des résidus de papier de gypse : pH, conductivité et métaux extractibles. Les méthodes utilisées pour ces analyses sont présentées dans le Tableau 2.

Tableau 2 – Méthodes utilisées pour analyser les paramètres physico-chimiques dans les lixiviats des résidus de papier de gypse.

Paramètre	Méthode	Référence
pH	Méthode par titrateur automatique MA. 100 – pH 1.1	CEAEQ, 2014b
Conductivité	Méthode par titrateur automatique MA. 115 – COND 1.1	CEAEQ, 2015a
Métaux extractibles	Dosage par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon MA. 200 – Met. 1.2	CEAEQ, 2014c

2.5. Caractérisation écotoxicologique

Les essais de toxicité ont été réalisés sur un échantillon représentatif des 18 échantillons ayant été analysés pour leur contenu en métaux extractibles (PPG-9) et sur l'échantillon de papier de gypse propre (PPG-propre).

Sur ces deux échantillons, deux essais de toxicité ont été réalisés sur des organismes aquatiques exposés aux lixiviats de deux résidus de papier de gypse : immobilité et mortalité de la daphnie *Daphnia magna* (toxicité aiguë) et croissance de l'algue verte *Raphidocelis*

*subcapitata*¹ (toxicité chronique). En parallèle, deux essais de toxicité ont été réalisés sur des organismes terrestres exposés aux deux résidus de papier de gypse mélangés à un sol témoin artificiel² avec un ratio de 1 % p/p base sèche (3,5 g de résidus de papier de gypse broyé, sec, par pot). Ceci correspond à un taux d'épandage de 10 à 15 tonnes humides à l'hectare (Marc Hébert; com. pers.). Les deux essais de toxicité réalisés sont : la germination et la croissance de l'orge (*Hordeum vulgare*) (toxicité aiguë) et la reproduction de vers de terre (*Eisenia andrei*) (toxicité chronique).

Les méthodes utilisées pour chacun des essais de toxicité sont présentées au tableau 3.

Tableau 3 – Méthodes utilisées pour réaliser les essais de toxicité avec les lixiviats ou les résidus de papier de gypse.

Espèce	Paramètre	Durée d'exposition	Référence
<i>R. subcapitata</i>	Inhibition de la croissance	96 h	CEAEQ, 2015b
<i>D. magna</i>	Immobilité et mortalité	48 h	CEAEQ, 2011
<i>E. andrei</i>	Inhibition de la reproduction	56 j	EC, 2004
<i>H. vulgare</i>	Inhibition de la germination et de la croissance	14 j	CEAEQ, 2003

À la suite de ces travaux, de nouveaux essais de toxicité sur les vers de terre ont été réalisés : 1) avec trois autres résidus de papier de gypse (PPG-4, PPG-11, PPG-18) pour confirmer les résultats obtenus avec l'échantillon PPG-9; 2) avec PPG-9 pour évaluer l'influence du taux d'épandage retenu sur les résultats dans l'optique de déterminer un seuil acceptable (0,25, 0,50 et 0,75 % p/p base sèche).

¹ Nouveau nom de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata*

² Sol artificiel CEAEQ (70 % sable, 22 % limon, 5 % argile kaolin, 3 % terre noire) pour l'essai sur plante, sol agricole naturel, propre pour l'essai sur ver de terre.

3. RÉSULTATS

3.1. Présence de corps étrangers

Lors de la préparation des échantillons, nous avons pu constater la présence de nombreux corps étrangers dans les résidus de papier de gypse : clous, rubans adhésifs, morceaux de bois, joints, etc. Pour assurer la protection des sols agricoles et de leur environnement immédiat, nous recommandons qu'avant la valorisation des résidus de papier de gypse en litière pour animaux de ferme, les corps étrangers soient retirés des résidus pour éliminer les risques de blessure des animaux. Il convient de noter que cette recommandation s'applique à toute option de valorisation.

3.2. Caractérisation chimique des résidus de papier de gypse

Les concentrations en métaux extractibles dans les 18 résidus de papier de gypse et dans l'échantillon de papier de gypse propre sont présentées dans le tableau A1, disponible en annexe.

Lors de la préparation des échantillons, nous avons pu constater la présence d'une quantité importante de poussière de gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans les résidus de papier de gypse, ce qui est mis en évidence par les concentrations de calcium, de sulfates et de soufre mesurées dans les résidus de papier de gypse (tableau A1 ; Figure 4).

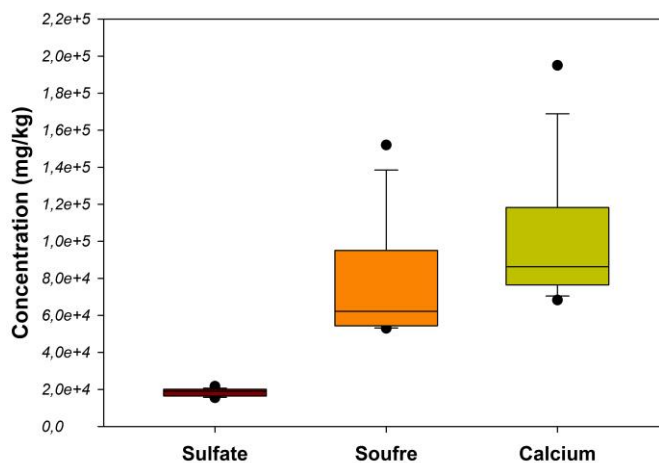


Figure 4 – Concentrations en sulfates, en soufre total et en calcium dans les résidus de papier de gypse, exprimées en mg/kg.

Les concentrations en métaux extractibles dans les résidus de papier de gypse (tableau A1, Figure 5) ont été comparées : 1) aux critères de qualité de catégories C (C1, C2) et aux critères « Terreau » du Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes (Hébert, 2015) ; et 2) aux critères A et B du Guide d'intervention pour la protection des sols et la réhabilitation des terrains contaminés (Beaulieu, 2016).

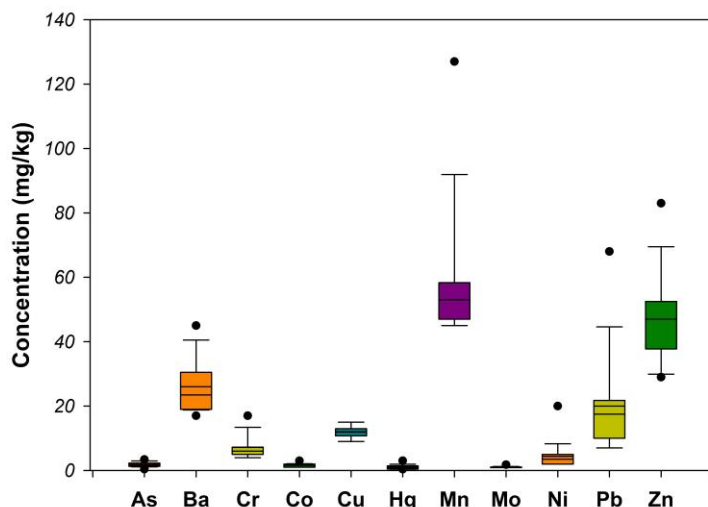


Figure 5 – Concentrations en métaux extractibles dans les résidus de papier de gypse, exprimées en mg/kg.

De façon générale, les 18 échantillons présentent des concentrations en métaux extractibles faibles, qui sont dans les mêmes gammes de concentrations. Seuls trois métaux présentent des dépassements d'un ou plusieurs des critères de qualité retenus pour comparaison ici. L'échantillon PPG-6 présente un faible dépassement du critère A pour le plomb (PPG – 6 : 68 mg/kg, critère A : 50 mg/kg). L'échantillon PPG-4 un faible dépassement du critère A pour le sélénium (PPG – 4 : 1,2 mg/kg, critère A : 1,0 mg/kg). Enfin, l'ensemble des échantillons présentent des dépassements de critères pour le mercure :

- Concentration comprise entre le critère A (0,2 mg/kg) et le critère « Terreau » (0,4 mg/kg) : PPG – 13 ;
- Concentration comprise entre le critère « Terreau » (0,4 mg/kg) et le critère C1 (0,8 mg/kg) : PPG – 1, 3, 5, 6, 11, 12, 15, 16 ;
- Concentration comprise entre le critère C1 et le critère C2 (4 mg/kg): PPG – 2, 4, 7, 8, 9, 10, 14, 17 et 18 avec un maximum pour PPG – 14 (3,03 mg/kg) ainsi que le PPG-Propre (1,06 mg/kg).

L'analyse des métaux extractibles dans le gypse propre (Tableau 4) indique que les concentrations de mercure mesurées dans le gypse n'expliquent pas les concentrations qui ont été mesurées dans les résidus de papier de gypse (tableau A1). Il existe visiblement une autre source de contamination de ces derniers par le mercure, telle que des tubes fluorescents contenant du mercure sur les chantiers de démolition ou de rénovation, des additifs ou un traitement du papier anti-moisissure.

Tableau 4 – Concentrations de métaux extractibles dans le gypse propre, exprimées en mg/kg (^a : supérieure au critère A du Guide d'intervention pour la protection des sols et la réhabilitation des terrains contaminés ; ^b : supérieure au critère « Terreau » du Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes).

Paramètre	Concentration en mg/kg			
	Gypse 1	Gypse 2	Gypse 3	Gypse 4
Ag	< 3	< 3	< 3	< 3
As	2,1	1,9	2,0	1,9
Ba	34	28	31	28

Paramètre	Concentration en mg/kg			
	Gypse 1	Gypse 2	Gypse 3	Gypse 4
Cd	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25
Ca	190 000	185 000	252 000	203 000
Cr	11	11	11	11
Co	2	2	4	2
Cu	8	64	12	7
Hg	0,20 ^a	0,23 ^a	0,24 ^a	0,43 ^b
Mn	110	92	84	87
Mo	1,2	1,1	1,1	1,0
Ni	6	7	9	7
Pb	17	8	10	8
Se	1,0	1,0	1,1 ^a	1,1 ^a
Zn	44	21	30	26

A titre indicatif, les concentrations de PBDE ont été comparées aux valeurs seuil pour les sols, en milieu résidentiel, proposées par l'*Environmental Protection Agency* des États-Unis, disponibles pour 4 substances (#47, #99, #153, #209) et la somme des octaBDE (#196, #197) (US EPA, 2017). Les concentrations sont faibles (Tableau 5) et très inférieures à ces valeurs seuils.

Tableau 5 - Concentrations en polybromodiphényles éthers (PBDE) dans des résidus de gypse, exprimées en µg/kg (¹ : valeurs seuils pour les sols en milieu résidentiel, proposées par US EPA, 2017).

BDE	Critère EPA ¹ mg/kg	Concentration en µg/kg						
		PPG Propre	PPG-1	PPG-4	PPG-9	PPG-11	PPG-14	PPG-18
BDE#17		<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	DNQ
BDE#28		DNQ	DNQ	0,4	0,4	0,3	DNQ	0,5
BDE#47	6,3	2,1	2,0	5,9	4,9	6,2	1,7	7,1
BDE#49		DNQ	<0,1	<0,1	DNQ	DNQ	<0,1	DNQ
BDE#66		<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
BDE#71		DNQ	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
BDE#77		<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
BDE#85		DNQ	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
BDE#99	6,3	2,6	1,0	2,5	1,8	2,6	1,1	1,7
BDE#100		0,5	DNQ	0,6	0,5	0,7	DNQ	0,5
BDE#119		<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
BDE#126		<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
BDE#138		<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
BDE#153	13	0,7	<0,2	DNQ	<0,2	DNQ	<0,2	<0,2
BDE#154		DNQ	<0,2	DNQ	<0,2	DNQ	<0,2	<0,2
BDE#156		<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
BDE#183		2,0	DNQ	DNQ	DNQ	DNQ	DNQ	DNQ
BDE#184		<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
BDE#191		<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
BDE#196	190	0,9	DNQ	DNQ	0,8	DNQ	0,8	DNQ
BDE#197		1,6	0,7	DNQ	0,9	DNQ	1,1	DNQ
BDE#206		DNQ	2,2	4,8	7,0	1,8	3,0	2,6
BDE#207		4,0	4,6	7,5	11	2,4	6,8	4,4
BDE#209	440	19	30	100	110	56	41	57

3.3. Caractérisation chimique des lixiviats

Les résultats des analyses réalisées sur les lixiviats de l'échantillon PPG – 9 et de l'échantillon de papier de gypse propre (PPG – Propre) sont présentés dans le Tableau 6. Les concentrations de métaux extractibles ont été comparées aux critères de qualité pour la protection de la vie aquatique (effet aigu : CVAA, effet chronique : CVAC). Aucun dépassement de ces critères n'a été mesuré dans les lixiviats du papier de gypse propre et du gypse 9.

Tableau 6 – Caractérisation physico-chimique des lixiviats du papier de gypse propre (PPG – Propre) et du résidu de papier de gypse 9 (PPG – 9).

Paramètre	CVAA ^a	CVAC ^a	PPG – Propre	PPG - 9
pH			6,97	7,39
Conductivité (µS/cm)			2 310	2 390
Ag (mg/l)	0,48	0,0001	< 0,001	< 0,001
As (mg/l)	0,34	0,15	0,0009	0,0013
Ba (mg/l)	23,8	8,3	0,022	0,021
Cd (mg/l)	0,036	0,002	0,0004	0,0007
Ca (mg/l)	-	-	714	598
Cr (mg/l)	17,5	0,83	0,0013	0,0013
Co (mg/l)	0,37	0,10	0,0047	0,0053
Cu (mg/l)	0,19	0,01	0,008	0,011
Hg (mg/l)	0,0016	9,1 x 10 ⁻⁴	< 0,0002	< 0,0002
Mn (mg/l)	47,5	22,0	0,220	0,095
Mo (mg/l)	29	3,2	0,009	0,013
Ni (mg/l)	4,9	0,54	0,009	0,014
Pb (mg/l)	2,8	0,11	0,003	0,007
Se (mg/l)	0,062	0,005	0,002	0,003
U (mg/l)	2,3	0,1	0,0001	0,0001
Zn (mg/l)	1,3	1,3	0,059	0,036

^a : La dureté de 1 600 mg/l CaCO₃ a été utilisée pour déterminer les critères de qualité pour la protection de la vie aquatique (effet aigu : CVAA, effet chronique : CVAC) dont la valeur dépend de la dureté du milieu.

3.4. Potentiel toxique

Les essais de toxicité ont été réalisés sur un échantillon représentatif des 18 échantillons ayant été analysés pour leur contenu en métaux extractibles. Ainsi, l'échantillon PPG-9 qui présente une concentration en mercure supérieure au critère de qualité C1 du guide MRF, mais qui n'est pas dans les extrêmes des concentrations mesurées pour ce métal (Min = 0,39 mg/kg ; Max = 3,03 mg/kg), a été sélectionné. Les résultats ont été comparés avec ceux d'un papier de gypse propre (PPG propre). Ils sont présentés dans le Tableau 7.

D'après les résultats obtenus, l'échantillon PPG – 9 et l'échantillon de papier de gypse propre n'ont pas d'effet sur les paramètres mesurés lors des essais de toxicité suivants : croissance de l'algue *R. subcapitata* après 96 heures d'exposition, mobilité et survie de la daphnie *D. magna* après 48 heures d'exposition, germination et croissance de l'orge *H. ordeum* après 14 jours d'exposition. En revanche, après 56 jours d'essai, la présence des résidus de papier de gypse dans le sol a entraîné une baisse significative (test de Student, $p < 0,05$) du nombre de jeunes ayant éclos comparativement aux témoins. Cette baisse est plus marquée pour PPG-9. De plus, cet échantillon a également induit une baisse significative de la croissance des jeunes, mesurée à l'aide du poids sec moyen, toujours comparativement aux témoins.

Tableau 7 – Résultats des essais de toxicité sur le résidu PPG – 9, le papier de gypse propre et leurs lixiviats (CI₂₅ ou 50 : concentration inhibitrice pour 25 ou 50 % des organismes ; CL₅₀ : concentration létale pour 50 % des organismes ; * : significativement différent du témoin, test de Student, p < 0,05 ; ** : le signe (-) indique de la stimulation par rapport au témoin).

Paramètre	PPG propre	PPG-9
Lixiviat :		
pH	6,9 -7,1	7,3
Conductivité (µS/cm)	2020 - 2209	1926 - 2286
Dureté (mg CaCO ₃ /l)	1600	1660
Algue, CI ₂₅ -96h	Sans effet	Sans effet
Algue, CI ₅₀ -96h	Sans effet	Sans effet
Daphnie, CL ₅₀ -48h	Non létal	Non létal
Sol amendé avec 1% p/p base sèche de résidu solide :		
pH du sol amendé, essai plante	7,2	7,2
pH du sol amendé, essai ver de terre	7,2	6,7
Conductivité du sol amendé, essai plante (µS/cm)	607	682
Conductivité du sol amendé, essai ver de terre (µS/cm)	410	370
Orge, inhibition germination, 14 j. (%)	0	0
Orge, inhibition de la longueur des tiges, 14 j. (%)	21	15
Orge, inhibition de la longueur des racines (%), 14 jours	-11	12
Orge, inhibition de la biomasse des tiges, 14 j. (%),	17	18
Ver de terre, survie des adultes, 28 j. (%)	100	100
Ver de terre, inhibition du nombre de jeunes, 56 j. (%)	56*	35*
Ver de terre, inhibition de la biomasse des jeunes, 56 j. (poids sec, %)	34*	-30**

Les essais de toxicité réalisés sur le ver de terre, sur les échantillons PPG-11 et PPG-18, confirment les résultats obtenus avec l'échantillon PPG-9 (Tableau 8) : baisse significative du nombre de jeunes et baisse significative de la biomasse des jeunes par rapport aux témoins. L'échantillon PPG-4, qui présente les mêmes caractéristiques physico-chimiques que les échantillons PPG-9, 11 et 18, n'a pas induit d'effets sur la reproduction des vers de terre.

Les différents taux d'épandage testés avec l'échantillon PPG-9 n'ont pas permis de déterminer un taux d'épandage acceptable pour la reproduction du ver de terre, c'est-à-dire ne limitant pas la production de jeunes, ni leur prise de biomasse (Tableau 8).

Les concentrations de sulfates, de métaux extractibles ou de PBDE présents dans les résidus de papier de gypse n'expliquent pas la diminution du succès de reproduction observée chez les vers de terre ou la diminution de la prise de poids des jeunes. Celles-ci pourraient être liées à un effet physique de ces matrices qui pourraient obturer le tractus digestif des organismes, limitant ainsi l'énergie allouée à la reproduction, dans le cas des adultes, ou à la croissance, pour les jeunes. La présence importante de poussières de gypse est un autre paramètre à considérer. Elle pourrait avoir irrité le tractus digestif des vers de terre, produisant les effets observés. Notons que ces remarques sont des hypothèses et qu'elles n'ont pu être validées par les résultats d'autres études.

Tableau 8 - Résultats des essais de toxicité complémentaires sur le ver de terre (n.d. : non déterminé ; * : significativement différent du témoin, test de Student, $p < 0,05$).

Paramètre	PPG-9 0,25 %	PPG-9 0,50 %	PPG-9 0,75 %	PPG-9 1 %	PPG-4 1 %	PPG-11 1 %	PPG-18 1 %
pH du sol amendé, essai ver de terre	5,3	6,3	5,5	6,5	n.d.	7,3	7,2
Conductivité du sol amendé, essai ver de terre ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	17	58	544	1 263	n.d.	908	804
Ver de terre, survie des adultes, 28 j. (%)	100	100	100	100	100	100	100
Ver de terre, inhibition du nombre de jeunes, 56 j. (%)	39*	27	60*	10	31	55*	29*
Ver de terre, inhibition de la biomasse des jeunes, 56 j. (poids sec, %)	50*	39*	65*	55*	12	34*	51*

4. CONCLUSION

De façon générale, les 18 échantillons de résidus de papier de gypse présentent des concentrations en métaux extractibles et en polybromodiphényles éthers faibles, similaires d'un échantillon à l'autre, inférieures aux critères en vigueur. En revanche, l'ensemble des échantillons présentent des dépassements de critères pour le mercure, qui ne sont pas uniquement liés à la présence de mercure natif dans le gypse.

À 1 % dans les sols (p/p, base sèche), ce qui correspond à un taux d'épandage de 10 à 15 tonnes humides à l'hectare, les résidus de papier de gypse ont tendance à limiter la reproduction des vers de terre et la croissance de leurs jeunes. Ces résultats ont été également obtenus avec 0,25 – 0,50 et 0,75 % dans les sols (p/p, base sèche).

Les résultats obtenus avec les essais de toxicité sur les vers de terre ne permettent donc pas d'écarter un risque pour la faune édaphique lié à l'épandage de fumier, contenant des résidus de papier de gypse, valorisés comme litière pour animaux de ferme. Ainsi, en l'absence de plus amples informations, nous recommandons que d'autres options de valorisation des résidus de papier de gypse, qui prendraient en compte l'effet physique (présence de papier) ainsi que la présence de la poussière de gypse (calcium, sulfates et soufre), soient explorées et que les produits qui seront envisagés soient testés pour leur toxicité vis-à-vis de la reproduction du ver de terre avant l'autorisation de ce nouvel usage.

Enfin, les résidus de papier de gypse contiennent énormément de poussière de gypse et la dangerosité de ces poussières de gypse devrait être évaluée pour chaque option de valorisation qui sera envisagée.

5. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BEAULIEU, M. 2016, *Guide d'intervention, Protection des sols et réhabilitation des terrains contaminés*, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, Québec, ISBN 978-2-550-76171-6, 210 p.

CEAEQ – Voir Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, 2019, *Détermination des polybromodiphényléthers : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse*, MA. 400-PBDE, Ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 9 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, 2015a, *Détermination de la conductivité : méthode électrométrique*, MA. 115- Cond 1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 9 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, 2015b, *Détermination de la toxicité : inhibition de la croissance chez l'algue Pseudokirchneriella subcapitata*, MA. 500- P.sub. 1.0, Rév. 3, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 21 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. 2014a, *Détermination des anions : méthode par chromatographie ionique*, MA. 300 – Ions 1.3, Rév. 3, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 18 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, 2014b, *Détermination du pH : méthode électrométrique*, MA. 100- pH 1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 11 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. 2014c, *Détermination des métaux : méthode par spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon*. MA. 200 – Mét. 1.2, Rév. 5. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 36 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. 2013a, *Détermination du carbone et du soufre : méthode par combustion et dosage par spectrophotométrie infrarouge*, MA. 310 – CS 1.0, Rév. 3, Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 8 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, 2012a, *Protocole de lixiviation applicable aux tests biologiques*, MA. 500- Lix. 1.0, Rév. 1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, 22 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, 2011, *Détermination de la toxicité létale CL₅₀ 48h Daphnia magna*, MA. 500- D. mag. 1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 18 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, 2003, *Inhibition de la germination et de la croissance chez les semences de végétaux*, MA. 500- GCR 1.0, ministère de l'Environnement du Québec, 30 p.

Chamard Stratégies environnementales, 2018, *Campagne d'échantillonnage – Projet papier Gypse (PPG) – Projet pilote du tri à la source du gypse sur les chantiers de construction*, rapport technique, 10 p.

EC – Voir Environnement Canada.

ENVIRONNEMENT CANADA. 2004, *Méthode d'essai biologique : essais pour déterminer la toxicité de sols contaminés pour les vers de terre Eisenia andrei, Eisenia fetida ou Lumbricus terrestris*, SPE 1/RM/43, 163 p.

HÉBERT, M. 2015, *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes, Critères de référence et normes réglementaires*, Québec, ISBN – 978-2-550-72954-9, 216 p.

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS DU QUÉBEC, 2008a, *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 1 – Généralités*, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 58 p., 3 annexes

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS DU QUÉBEC, 2008b, *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 8 – Échantillonnage des matières dangereuses*, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 87 p., 1 annexe,

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS DU QUÉBEC, 2009, *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 5 – Échantillonnage des sols*, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante.

NDUKWE, I. ET YUAN, Q. 2016, Drywall (gyproc plasterboard) recycling and reuse as a compost-bulking agent in Canada and North America: a review, *Recycling*, 1: 311-320.

US EPA – Voir United States Environmental Protection Agency.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, 2017, *Technical fact sheet – Poluvrominated Diphenyl Ethers (PBDEs)*, EPA 505-F-17-015, Office of Land and Emergency Management (5106P), United States Environmental Protection Agency, 5 p.

Annexe 1 – Concentrations en sulfates, soufre total et métaux extractibles dans les échantillons de résidus de papier de gypse.

Paramètres	Unité	Guide MRF			Guide PSRTC		Échantillon de gypse broyé (PPG)																			
		C1	C2	Terreau	A	B	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	Propre	
		mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg																				
Sulfates	mg/kg						18600	16500	15500	15800	15900	19500	19800	18200	17200	18800	16400	21700	19300	20000	20600	20400	20400	19600	19400	
S	mg/kg S				400	2000	1E+05	82100	1E+05	2E+05	82300	58000	53000	54900	91800	71500	1E+05	54100	53200	54500	56000	53300	65600	58800	80600	
Ag	mg/kg				2	20	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	
As	mg/kg	13	41	12	6	30	1,7	2,3	3,4	2,9	2,4	1,6	1,5	1,6	2,3	1,8	2	0,4	1,3	1,3	1,2	1,4	1,5	1,3	1,2	
Ba	mg/kg				340	500	22	40	29	32	35	21	23	24	45	24	30	28	22	17	19	19	19	19	29	
Cd	mg/kg	3	10	2	1,5	5	<0,25	0,29	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	<0,25	
Ca	mg/kg						1E+05	1E+05	2E+05	2E+05	1E+05	85500	88600	70700	1E+05	83600	1E+05	73300	80900	71400	77500	68300	87100	81100	95300	
Cr	mg/kg	210	1000	99	100	250	6	7	17	13	12	6	5	6	7	5	8	6	6	4	4	5	7	5	7	
Co	mg/kg	34	150	29	25	50	2	2	2	2	2	1	2	1	2	1	3	2	1	1	1	1	2	1	2	
Cu	mg/kg	400	1000	100	50	100	11	13	9	9	15	13	15	12	12	12	13	15	10	11	13	11	10	11	18	
Hg	mg/kg	0,8	4	0,4	0,2	2	0,45	0,92	0,42	0,93	0,59	0,45	1,14	1,81	1,58	1,05	0,73	0,51	0,39	3,03	0,49	0,52	1,42	1,51	1,06	
Mn	mg/kg				1000	1000	45	62	127	65	56	45	55	46	56	49	88	57	54	52	47	51	48	47	68	
Mo	mg/kg	10	20	5	2	10	1,1	1,1	0,9	1,1	0,9	0,9	1	1,2	1	1,2	0,9	1,1	0,9	1,1	0,9	1	1,8	0,9	1,5	
Ni	mg/kg	62	180	52	50	100	4	4	7	6	20	4	2	2	5	3	5	3	4	2	2	2	2	2	4	
Pb	mg/kg	120	300	70	50	500	10	20	27	29	18	68	17	18	42	10	20	16	10	7	7	11	20	10	29	
Se	mg/kg	2	14	1,4	1	3	1	0,7	1	1,2	0,7	0,7	<0,7	<0,7	0,9	0,8	0,9	0,8	<0,7	<0,7	<0,7	<0,7	<0,7	<0,7	1	
U	mg/kg						<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	
Zn	mg/kg	700	1850	200	140	500	33	68	40	49	40	49	83	39	43	49	60	47	52	34	29	47	54	30	64	