

Evaluation de la dangerosité des déchets industriels

- 1/ Analyse des critères utilisés dans la nomenclature européenne*
- 2/ Programme expérimental sur le critère H14 ;
Création animation du Club de Réflexion sur la dangerosité des déchets*



**ÉVALUATION DE LA DANGÉROSITÉ
DES DÉCHETS INDUSTRIELS**

**PHASE 1 : ANALYSE DES CRITÈRES UTILISÉS DANS LA
NOMENCLATURE EUROPÉENNE**

**PHASE 2 : A) PROGRAMME EXPÉRIMENTAL SUR LE CRITÈRE H14;
B) CRÉATION ANIMATION DU CLUB DE RÉFLEXION SUR
LA DANGÉROSITÉ DES DÉCHETS**

RAPPORT FINAL

octobre 1998

J. MÉHU - POLDEN INSAVALOR

Créée en 1989 à l'initiative du Ministère en charge de l'Environnement, l'association RECORD – REseau COopératif de Recherche sur les Déchets et l'Environnement – est le fruit d'une triple coopération entre industriels, pouvoirs publics et chercheurs. L'objectif principal de RECORD est le financement et la réalisation d'études et de recherches dans le domaine des déchets et des pollutions industrielles.

Les membres de ce réseau (groupes industriels et organismes publics) définissent collégialement des programmes d'études et de recherche adaptés à leurs besoins. Ces programmes sont ensuite confiés à des laboratoires publics ou privés.

Avertissement :

Les rapports ont été établis au vu des données scientifiques et techniques et d'un cadre réglementaire et normatif en vigueur à la date de l'édition des documents.

Ces documents comprennent des propositions ou des recommandations qui n'engagent que leurs auteurs. Sauf mention contraire, ils n'ont pas vocation à représenter l'avis des membres de RECORD.

- ✓ Pour toute reprise d'informations contenues dans ce document, l'utilisateur aura l'obligation de citer le rapport sous la référence :
RECORD, Évaluation de la dangerosité des déchets industriels : Phase 1 : Analyse des critères utilisés dans la nomenclature européenne, Phase 2 : a) Programme expérimental sur le critère H14; b) Création animation du Club de Réflexion sur la dangerosité des déchets, 1998, 286 p, n°97-0106/2A.
- ✓ Ces travaux ont reçu le soutien de l'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie)
www.ademe.fr

© RECORD, 1998

SOMMAIRE

PRÉAMBULE	7
INTRODUCTION	8
PLANNING GÉNÉRAL DE L'ÉTUDE	10
<u>PREMIÈRE PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL</u>	11
I- PRÉSENTATION DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	12
1- Rappel du contexte	12
2- Principe du programme	13
3- Objectifs du programme	13
4- Présentation de la procédure H14 du Ministère	14
4-1 Critères d'évaluation de la procédure H14 du Ministère	16
4-2 Descriptifs des bio-essais	17
4-3 Choix du test de lixiviation	21
4-4 Modification de la procédure H14 en janvier 1998	22
II- ORGANISATION ET CONTENU DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	23
1- Organisation du programme	23
1-1 Groupe de travail	23
1-2 Réalisation des bio-essais	24
2- Contenu du programme	26
3- Choix des déchets à étudier	28
III- DÉROULEMENT DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	30
1- Échantillonnage des déchets	30
2- Sous-échantillonnage des déchets	30
3- État physique et humidité des déchets	31
4- Conservation des déchets	32
4-1 Conservation des déchets solides	32
4-2 Conservation de la boue urbaine liquide	32
4-3 Conservation des éluats durant la mise en œuvre des bio-essais	33

5- Lixiviation des déchets	33
5-1 Lixiviation des déchets non monolithiques	33
5-1.1 Cas des échantillons à forte proportion d'eau : boue liquide urbaine	34
5-1.2 Conditions réelles de lixiviation	34
5-2 Lixiviation des déchets monolithiques	34
5-3 Réalisation des lixiviations	34
6- Mise en œuvre des bio-essais	35
6-1 Préparation des éluats à expérimenter	35
6-2 Adaptations aux normes	37
IV- RÉSULTATS DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL : PHASE 1 (12 déchets)	39
1- Résultats des bio-essais	39
1-1 Présentation des résultats de la phase 1	39
1-2 Exploitation des résultats de la phase 1	41
1-2.1 Sensibilité relative des bio-essais de la phase 1	41
1-2.2 Complémentarité des tests de toxicité aiguë de la procédure H14	48
1-2.3 Caractère discriminant des bio-essais de la phase 1	49
1-2.4 Toxicité relative des déchets soumis aux bio-essais de la phase 1	55
1-2.5 Toxicité des déchets vis-à-vis des seuils provisoires de la procédure H14 du Ministère	55
2- Résultats des analyses chimiques	63
2-1 Présentation des résultats	63
2-2 Exploitation des résultats	68
2-3 Commentaires	74
2-3.1 Contenu total	74
2-3.2 Fraction lixiviée	75
V- RÉSULTATS DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL : PHASE 2 (3 déchets)	76
1- Présentation des résultats de la phase 2	78
2- Exploitation des résultats de la phase 2	80
2-1 Toxicité des déchets étudiés vis-à-vis des seuils H14 provisoires et des tests Daphnies, Microtox, Algues et Cériodaphnies réalisés sur éluats filtrés à 0,45 µm et 100 µm	80
2-2 Influence du paramètre filtration sur les réponses écotoxiques	86
2-3 Toxicité des déchets vis-à-vis des bio-essais sur matrices solides et du seuil H14 provisoire	90
VI- CONCLUSION DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	93
1- Rappel des bio-essais réalisés dans le cadre du programme H14 de RECORD	93
2- Principaux résultats synthétiques du programme H14 de RECORD	93
3- Discussions, recommandation et approfondissement possibles	95
3-1 Conservation des déchets	95

3-2 Conservation des éluats	95
3-3 Filtration et neutralisation des éluats	95
3-4 Test de lixiviation	96
3-5 Procédure minimale	96

**DEUXIÈME PARTIE : CLUB DE RÉFLEXION SUR LA DANGEROUSITÉ
DES DÉCHETS INDUSTRIELS** **98**

CONCLUSION GÉNÉRALE DE L'ÉTUDE **128**

BIBLIOGRAPHIE **130**

ANNEXES **131**

Annexe 1 : Comptes-rendus des réunions et commentaires du comité de pilotage

- Coordonnées des différents participants
- Réunion de lancement du 25.02.97
- Réunion du groupe de travail "écotoxicité des déchets" du 24.04.97
- Réunion du club de réflexion du 03.07.97
- Réunion du groupe de travail "écotoxicité des déchets" du 12.09.97
- Réunion intermédiaire du 07.10.97
- Réunion du club de réflexion du 13.02.98
- Réunion de clôture du 10.03.98
- Commentaires des industriels à l'issue de la réunion du 10.03.98
- Synthèse des commentaires et réponses de POLDEN sur le sujet
- Commentaires et propositions de Jean-François Férard (CSE de Metz)

Annexe 2 : Critères de danger H1 à H14 mentionnés dans la directive 91/689/CEE

Annexe 3 : Procédure d'évaluation de l'écotoxicité des déchets définie par POLDEN en 1994, à la demande de la DGXI

Annexe 4 : Fiches signalétiques des déchets prélevés

Annexe 5 : Calendrier des opérations d'échantillonnage, sous-échantillonnage, lixiviation et des bio-essais de la phase 1

Annexe 6 : Conditions de lixiviation

Annexe 7 : Présentation détaillée des résultats des bio-essais des phases 1 et 2 du programme expérimental

Annexe 8 : Coûts des bio-essais de la procédure H14

Annexe 9 : Structure et compétence des Ministères représentés dans le Club de Réflexion

Annexe 10 : Remarques et commentaires du rapport final provisoire

LISTE DES PLANNINGS, TABLEAUX, ET FIGURES

Plannings :

Planning général de l'étude	10
Planning du programme expérimental	25

Diagramme :

Diagramme 1 : Proposition méthodologique pour l'évaluation de l'écotoxicité des déchets (Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement, janvier 1998)	15
--	----

Tableaux :

Tableau 1 : Noms et coordonnées des membres du comité de pilotage	9
Tableau 2 : Batterie de bio-essais composant la procédure H14 du Ministère et références normatives	17
Tableau 3 : Noms et coordonnées des participants du groupe de travail "écotoxicité"	23
Tableau 4 : Classification et nature des déchets prélevés	29
Tableau 5 : Recommandations des normes et protocoles appliqués sur la neutralisation et la filtration des éluats	36
Tableau 6 : Adaptations des normes (bio-essais)	38
Tableau 7.1 : Présentation des résultats des tests d'écotoxicité de la phase 1 en pourcentage d'éluat : Daphnies 24 h, Microtox, Algues sur éluats filtrés à 100 µm	40
Tableau 7.2 : Résultats des tests d'écotoxicité de la phase 1 en Unité Toxique : Daphnies 24 h, Microtox, Algues sur éluats filtrés à 100 microns → annexe 7	
Tableau 7.3 : Présentation des CE50-24 h (Daphnies), CI50-30' (Microtox) et CE20-72 h (Algues) avec leurs intervalles de confiance respectifs → annexe 7	
Tableau 8 : Comparaison du test Algues et du test Microtox à pH réel (rapport des CE)	46
Tableau 9 : Comparaison du test Microtox réalisé à pH réel et à pH ajusté (rapport des CE)	47

Tableau 10 :	Comparaison du test Daphnies et du test Microtox réalisé à pH ajusté (rapport des CE)	47
Tableau 11 :	Complémentarité des tests Daphnies et Microtox à pH réel	48
Tableau 12 :	Complémentarité des tests Daphnies et Microtox à pH ajusté	49
Tableau 13 :	Sensibilité et gamme de variation des bio-essais de la phase 1	50
Tableau 14.1 à 14.4 :	calcul du coefficient "f" pour évaluer la dispersion des résultats des bio-essais de la phase 1	52
Tableau 15 :	Caractéristiques des bio-essais de la phase 1 : sensibilité minimale, gamme de variation, dispersion des résultats et sélectivité	53
Tableau 16 :	Classement des déchets "toxiques-non toxiques" vis-à-vis des tests Daphnies, Microtox et Algues sur éluats filtrés à 100 µm	62
Tableau 17 :	Analyse du contenu total : dosage du COT, du soufre et du chlore	63
Tableau 18 :	Analyse du contenu total : dosage des métaux en mg/kg de déchet sec	64
Tableau 19 :	Analyse du contenu total des particules 0,45 - 100 microns : dosage des métaux en mg/kg de matière sèche	65
Tableau 20 :	Éluats filtrés à 0,45 µm: mesure du pH, de la conductivité, du potentiel redox et de la fraction soluble - Dosage du COT, des chlorures et des sulfates	66
Tableaux 21.1 et 21.2 :	Éluats filtrés à 0,45 microns : dosage des métaux	67
Tableau 22 :	Poursuites possibles de la phase 1 (proposition du comité de pilotage lors de la réunion du 7.10.97)	77
Tableaux 23.1 à 26.1 :	Présentation de l'ensemble des résultats (%) des tests d'écotoxicité de la phase 2 appliqués à trois déchets de la phase 1 : gâteau de filtration de la pharmacie (F2), boue industrielle (G) et cendres volantes de fuel	79
Tableaux 23.2 à 26.2 :	→ annexe 7	
Tableaux 23.3 à 26.3 :	→ annexe 7	
Tableau 27 :	Tableau de synthèse sur l'évaluation de l'écotoxicité des déchets F2, G, H vis-à-vis du seuil provisoire H14 et des tests Daphnies, Microtox, Algues et Cériodaphnies sur éluats filtrés à 0,45 et 100 µm	88
Tableau 28 :	Comparaison des réponses écotoxiques obtenues sur éluats filtrés à 0,45 et 100 µm	89

Figures :

Figure 1 :	Contenu du programme expérimental	27
Figure 2 :	Bio-essais de la phase 1 : Daphnies, Microtox et Algues sur éluat filtrés à 100 µm	42
Figure 3 :	Comparaison du test Algues et du test Microtox réalisé à pH réel	44
Figure 4 :	Comparaison des tests Microtox réalisés à pH réel et à pH ajusté	44
Figure 5 :	Comparaison du test Microtox réalisé à pH ajusté et du test Daphnies	44
Figure 6 :	Représentation graphique des caractéristiques des bio-essais de la phase 1 : sensibilité minimale, gamme de variation, dispersion des résultats	54
Figure 7 :	Réponses écotoxiques au test Daphnies (représentation des intervalles de confiance)	57
Figure 8 :	Réponses écotoxiques au test Microtox 30' (représentation des intervalles de confiance)	59
Figure 9 :	Réponses écotoxiques au test Algues (représentation des intervalles de confiance)	61
Figures 10, 11 et 12 :	Influence de la filtration des éluats (0,45 et 100 microns) sur les réponses écotoxiques aux tests d'écotoxicité aiguë de la procédure H14 du Ministère appliqués aux trois déchets de la phase 2	82
Figures 13 et 14 :	Influence de la filtration des éluats (0,45 et 100 microns) sur les réponses écotoxiques aux tests d'écotoxicité chronique de la procédure H14 du Ministère appliqués aux trois déchets de la phase 2	85
Figures 15 et 16 :	Réponses écotoxiques aux tests sur matrices solides de la procédure H14 du Ministère appliqués aux trois déchets de la phase 2	91

PRÉAMBULE

Cette étude s'inscrit dans le cadre des réflexions de l'Association RE.CO.R.D. sur l'évaluation de la dangerosité des déchets industriels. Elle constitue la deuxième phase d'une étude exploratoire réalisée par POLDEN en 1996 sur l'applicabilité des quatorze critères de danger¹ (H1 à H14) de la directive 91/689/CEE, en vue de définir un programme expérimental sur l'évaluation de la dangerosité des déchets industriels (Étude n° 95-106/1A : "Évaluation de la dangerosité des déchets industriels - Analyse des critères utilisés dans la nomenclature européenne").

Cette première mission consistait également à :

- connaître la position du Royaume-Uni, de l'Allemagne, des Pays-Bas et de la DGXI concernant la transcription en droit national de la directive 91/689/CEE relative aux déchets dangereux ;
- constituer et animer deux groupes d'experts pour identifier les limites d'applicabilité technique des critères de danger aux déchets ;
- réaliser un croisement "a priori" entre la liste des déchets de la sixième version du projet de décret relatif aux différentes catégories de déchets² et les quatorze critères de danger.

A l'issue de ce premier travail, les propositions du comité de pilotage concernant les actions de RE.CO.R.D. en 1997-1998 se sont orientées vers :

- l'application expérimentale d'une procédure d'évaluation de l'écotoxicité des déchets³ sur un panel de déchets ;
- la création et l'animation d'un club de réflexion européen sur la dangerosité des déchets.

L'objectif ultime de cette étude (première et deuxième années) est d'une part, d'apporter une contribution technique à l'applicabilité des critères de danger de la directive 91/689/CEE, et d'autre part, de mener une action d'incitation à l'harmonisation de la classification des déchets en collaboration avec les pouvoirs publics.

¹ La liste des critères de danger H1 à H14 mentionnés dans la directive 91/689/CEE est fournie en annexe 2 du rapport.

² Ce décret a finalement été adopté le 15 mai 1997 après abandon des extensions prévues initialement. Il s'agit du décret 97-517 relatif à la classification des déchets dangereux.

³ Le critère "écotoxique" étant le critère H14 de la directive 91/689/CEE nous parlerons plus simplement de la "procédure H14".

INTRODUCTION

La mise en œuvre de la procédure H14, ainsi que la création et l'animation du club de réflexion européen sur la dangerosité des déchets, ont été confiées à POLDEN.

Le comité de pilotage est constitué par des membres de l'Association RE.CO.R.D., un représentant de la Sous-Direction des Produits et des Déchets du Ministère de l'Environnement et de l'Aménagement du Territoire et de POLDEN.

Les noms et coordonnées des membres du comité de pilotage sont fournis dans le tableau 1.

Le présent rapport fait suite à un rapport intermédiaire (septembre 1997) dans lequel nous avons fait état de l'avancement de nos travaux après six mois d'étude.

Il se compose de deux parties principales :

- dans la première partie, nous rappellerons les principes, les objectifs, le déroulement et les résultats du programme expérimental ;
- dans la deuxième partie, nous présenterons synthétiquement le résultat des discussions du club de réflexion concernant la transcription en droit national des textes européens relatifs à la classification des déchets et à l'évaluation de leur dangerosité.

Quant aux annexes, celles-ci sont principalement composées des comptes-rendus de réunions et des résultats détaillés de l'étude⁴.

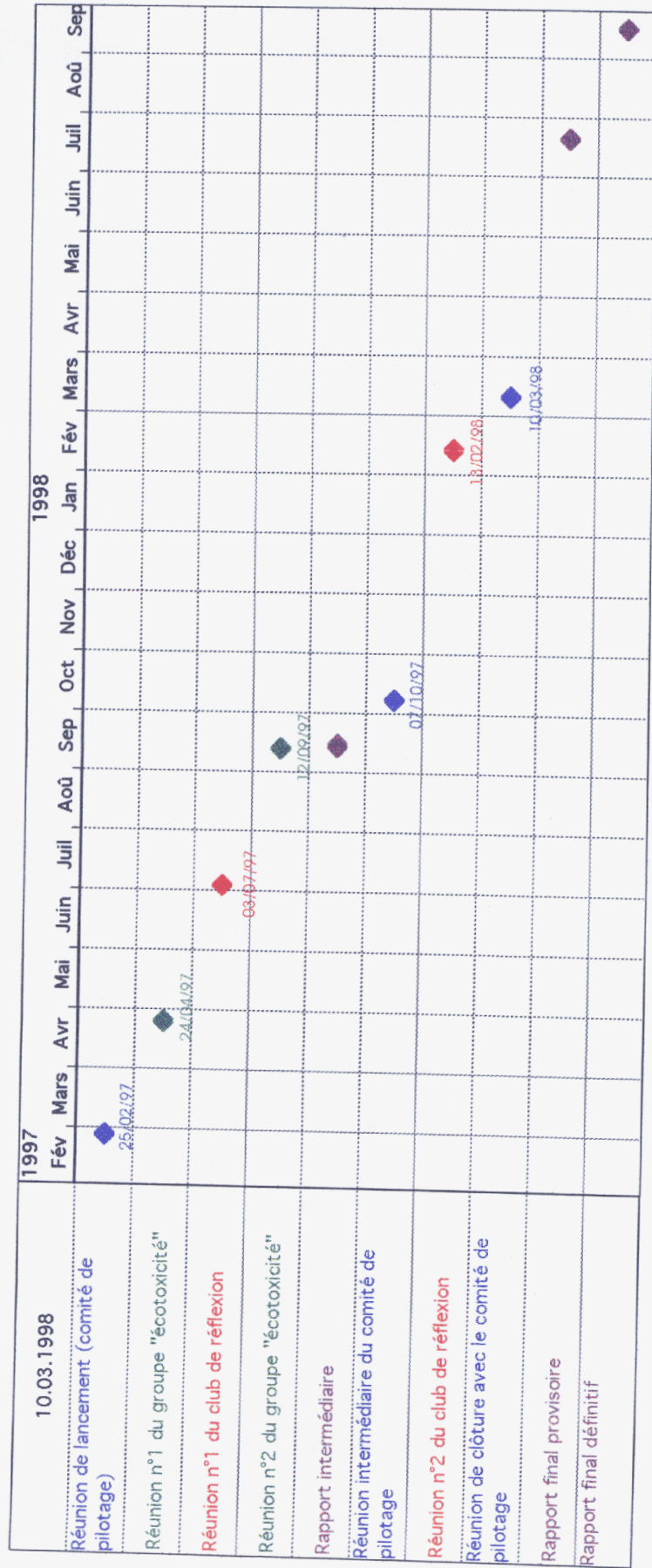
Au préalable, un planning général de l'étude est présenté.

⁴ Les rapports d'essais, le rapport du CSE de Metz portant sur le calcul des CE20 (cf. partie expérimentale), ainsi que les textes réglementaires cités (cf. club de réflexion) sont à disposition des membres de l'Association RE.CO.R.D. auprès de la Direction Scientifique de celle-ci.

Tableau 1
Noms et coordonnées des membres du comité de pilotage

Nom	Adresse	Tél.	Fax
Alain Perez	ELF AQUITAINE Direction Environnement Tour ELF Cedex 45 90 078 Paris la Défense	01 47 44 25 63 (ld) 01 47 44 26 30 (sec)	01 47 44 25 90
Patrice Barbaza	RHÔNE-POULENC Quai Paul Doumer 92 408 Courbevoie	01 47 68 06 96	01 47 68 29 15
Jean-Pierre Blondiau/ Laurence Bédu	GROUPE D'OBOURG Rue des Fabriques 7034 Oburg (Belgique)	00 32 64 51 04 32	00 32 64 51 04 39
Marc Paquer	GROUPE D'OBOURG Rue des Fabriques 7034 Oburg (Belgique)	00 32 65 35 87 60	00 32 65 35 84 05
Michel Boury Philippe Lemaire Jean-Louis Cros	ELF ATOCHEM 4, cours Michelet 92 091 Paris la Défense	01 49 00 75 38 01 47 59 13 66 01 49 00 71 00	01 49 00 76 85 01 47 59 14 65 01 49 00 80 86
Yvon Bland	ADEME 2, square Lafayette BP 406 49 004 Angers cedex	02 41 20 41 20	02 41 87 23 50
Lauro Cimolino	SOCOTEC Les Quadrants 78 182 St Quentin-en-Yvelines cedex	01 30 12 83 32	01 30 12 83 99
Camille Defosse	CALCIA Les Technodes BP 01 78 931 Guerville cedex	01 34 77 77 86	01 34 77 79 85
Anne-France Didier/Philippe Samuel	MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT 20, avenue de Ségur 75 302 Paris SP 07	01 42 19 15 49	01 42 19 14 68
Philippe Jalvy/ Benoît Schnuriger	CREED Zone Portuaire 78 520 Limay	01 30 92 98 98	01 34 78 67 97
Jean Souchet	SOLVAY 12, cours Albert Premier 75 008 Paris	01 40 75 80 93	01 42 89 99 56
Isabelle Martin	FRANCE-DÉCHETS Service Chimie des Déchets BP 29 78 440 Gargenville	01 30 98 11 93	01 34 79 65 22
Lucie Lambolez- Michel	CERED Route de la Chapelle Réanville BP2265 27 950 Saint-Marcel	02 32 21 05 79	02 32 21 06 34
Georges Chahine	CIMENTS LAFARGE 5, bd Louis Loucheur 92 214 Saint-Cloud cedex	01 49 11 43 15	01 49 11 43 60
Adeline Rebois	GAZ DE FRANCE 361, avenue du pdt Wilson BP 33 93 211 La-Plaine-Saint-Denis	01 49 22 57 98	01 49 22 53 75
Isabelle Saude Murielle Leduc	EDF DER Dpt Environnement 6, quai Watier 78 401 Chatou cedex	01 30 87 73 96	01 30 87 73 36

PLANNING GÉNÉRAL DE L'ÉTUDE



PREMIÈRE PARTIE :
PROGRAMME EXPÉRIMENTAL H14

+

PRÉSENTATION DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

1- RAPPEL DU CONTEXTE

Comme il a été dit précédemment, la présente étude fait suite à une étude exploratoire à l'issue de laquelle un programme expérimental portant sur l'évaluation du critère H14 a été proposé.

Ce programme, fortement inspiré de la procédure H14 définie par POLDEN pour la DGXI en 1994⁵ (cf. annexe 3), a été modifié en cours d'étude afin de prendre en compte l'évolution des réflexions du Ministère de l'Environnement sur la classification des déchets dangereux.

Tel que proposé initialement en 1996, ce programme comportait l'application des bio-essais suivants :

- toxicité aiguë sur bactéries : Test Microtox (30 min) ;
- toxicité aiguë sur daphnies (24 h) ;
- toxicité semi-chronique sur algues (72 h) ;
- toxicité chronique sur daphnies (21 j) ;
- génotoxicité : test d'Ames.

Compte tenu des travaux du Ministère sur le critère H14 et de la publication à mi-parcours d'un document technique relatif aux "Critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets"⁶, le programme a été modifié en cours de route comme suit :

- ⇒ suppression du test d'Ames (jugé redondant par rapport à H11 : Mutagène),
- ⇒ mise en œuvre de bio-essais sur matrices solides : plantes et vers de terre,
- ⇒ choix du test chronique sur Cériodaphnies (7 jours) en remplacement du test sur daphnies (21 jours).

⁵ Contribution à l'établissement d'une procédure d'évaluation du critère "écotoxique" (H14 de l'Annexe III de la Directive 91/689/CEE relative aux déchets dangereux) ; Étude effectuée par POLDEN à la demande de la DGXI de la Commission des Communautés Européennes, 1994.

⁶ Critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets ; Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement, janvier 1998. La première version de ce document, proposée en septembre 1997, a été modifiée en janvier 1998 ; une version finale sera élaborée à l'issue des travaux de RE.CO.R.D., de l'INERIS et des Agences de l'Eau sur le sujet.

Le programme expérimental a été modifié sur la base de la première version du guide "critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets" (septembre 1997) ; compte tenu de son état d'avancement lors de la publication de la deuxième version de ce document (janvier 1998), les récentes modifications de la procédure H14 du Ministère n'ont pas pu être intégrées. La principale différence consiste en l'application d'un test d'écotoxicité aiguë sur daphnies avec un temps d'exposition de 48 h et non plus de 24 h.

2- PRINCIPE DU PROGRAMME

L'objectif de ce programme est d'apporter une contribution technique à la validation d'outils destinés à l'application réglementaire nationale et européenne des textes portant sur la classification des déchets dangereux.

A la demande des membres de l'Association RE.CO.R.D., cette contribution concerne exclusivement l'évaluation du critère H14 de la directive 91/689/CEE et s'intègre dans une démarche plus globale du Ministère concernant l'évaluation des autres critères de danger (H1 à H12).

3- OBJECTIFS DU PROGRAMME

Dans un premier temps, nous avons appliqué les tests Microtox, Daphnies et Algues sur des éluats⁷ filtrés à 100 µm⁸ provenant de douze déchets sélectionnés par le comité de pilotage en 1996. Cette première phase du programme a permis de déterminer la dispersion des réponses écotoxiques et d'évaluer ainsi le caractère discriminant de ces trois bio-essais.

Dans un deuxième temps, nous avons mis en œuvre :

- les tests Daphnies, Microtox et Algues sur éluats filtrés à 0,45 µm,
- le test Cériodaphnie sur éluats filtrés à 0,45 µm et 100 µm,
- les tests vers de terre et plantes sur matrices solides.

L'objectif de cette deuxième phase est double : il s'agit de compléter les données de la phase 1 afin de disposer de résultats concernant la totalité de la procédure H14 du Ministère d'une part, et d'autre part, d'évaluer l'influence du niveau de filtration des éluats soumis aux tests Microtox, Daphnies (24 h), Algues (72 h) et Cériodaphnies (7 jours).

Cette deuxième phase concerne uniquement trois déchets sélectionnés parmi les 12 de la phase 1.

⁷ Le terme "éluats" désigne la fraction aqueuse obtenue par lixiviation de déchets. Le terme "lixiviats" est réservé aux effluents des décharges.

⁸ Le choix de ce niveau de filtration repose sur la volonté du Ministère de l'Environnement de prendre en compte l'éventuel effet écotoxique des particules < 100 µm dans la logique du principe de précaution. Ce choix a été fait également dans un souci d'harmonisation avec les programmes ADEME en cours.

4- PRÉSENTATION DE LA PROCÉDURE H14 DU MINISTÈRE

Cette procédure permet d'évaluer l'écotoxicité directe des déchets en l'état, par contact avec le solide, ainsi que leur écotoxicité vis-à-vis des écosystèmes aquatiques, via les éluats qu'ils génèrent. Elle comporte des analyses chimiques sur éluats et matrices solides, ainsi qu'une batterie de tests :

- **d'écotoxicité aiguë sur éluats** : essais sur bactéries bioluminescentes et sur daphnies,
- **d'écotoxicité chronique sur éluats** : essais sur micro-algues et cériodaphnies (7 jours) ou daphnies (21 jours),
- **d'écotoxicité sur matrices solides** : essais sur plantes et vers de terre.

Notons que la composition chimique est utilisée uniquement comme *critère positif* d'attribution du caractère dangereux et ne permet pas de conclure qu'un déchet est "non dangereux pour l'environnement".

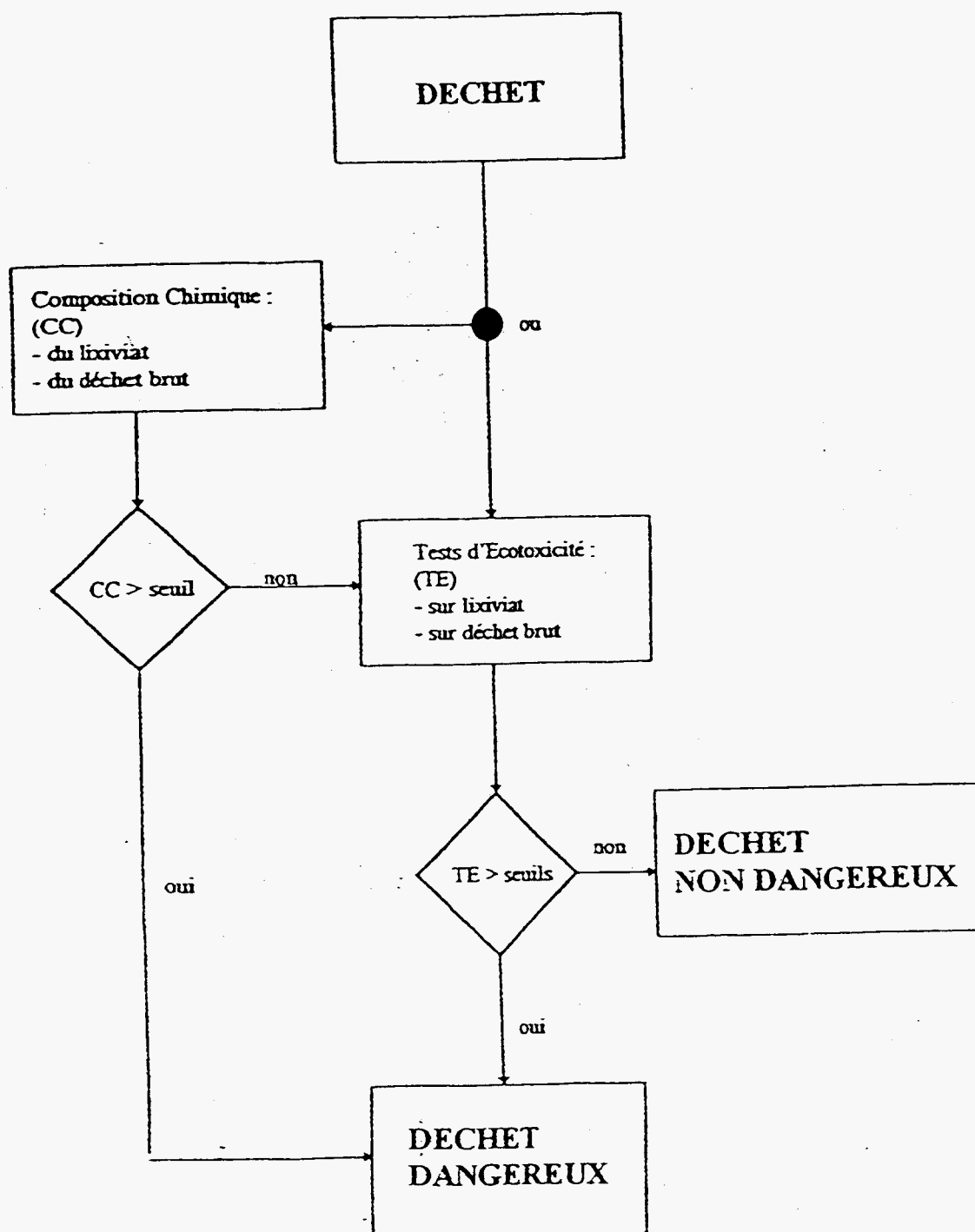
Quant aux bio-essais, ceux-ci peuvent être utilisés :

- *comme critère positif* : une réponse positive à au moins un des tests d'écotoxicité permet de classer le déchet comme "dangereux pour l'environnement",
- *comme critère négatif* : une réponse négative à tous les tests d'écotoxicité permet de classer le déchet comme "non dangereux pour l'environnement".

L'ensemble de la procédure est résumé dans le diagramme 1, page suivante.

Diagramme n°1

Proposition méthodologique pour l'évaluation de l'écotoxicité des déchets



Source : *Critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets* ;
Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement (janvier 1998).

4-1 Critères d'évaluation de la procédure H14 du Ministère

Composition chimique de l'éluat

La présence d'au moins une des substances suivantes dans une concentration supérieure à la limite fixée permet de classer le déchet "dangereux pour l'environnement" :

[As] > 0,05 mg/l	[Pb] > 0,5 mg/l
[Cd] > 0,2 mg/l	[Zn] > 2 mg/l
[Cr] > 0,5 mg/l	[CN] > 0,1 mg/l
[Cr ^{V+}] > 0,1 mg/l	[Phénols] > 0,1 mg/l
[Cu] > 0,5 mg/l	[PCP] > 1 mg/l
[Sn] > 2 mg/l	[Hydrocarbures totaux] > 10 mg/l
[Hg] > 0,05 mg/l	[Composés organiques du chlore en EOX] > 5 mg/l
[Ni] > 0,5 mg/l	

$$\frac{\sum[\text{NR50}] + \sum[\text{NR50} / 53]}{10} + \frac{\sum[\text{NR51} / 53]}{100} + \frac{\sum[\text{R52} / 53]}{1000} > 1$$

Composition chimique du déchet brut

La présence d'au moins une des substances suivantes dans une concentration supérieure à la limite fixée permet de classer le déchet "dangereux pour l'environnement".

(PCB-PBB-PCT) > 50 mg/kg
indice phénols > 50 mg/kg

Tests d'écotoxicité

Les seuils proposés par le Ministère de l'Environnement sont :

- **CE50 ≤ 10 % pour les tests d'écotoxicité aiguë sur éluats** - essais sur bactéries bioluminescentes (30 min) et sur daphnies (48 h) : le déchet est considéré "écotoxique" vis-à-vis du test concerné si une concentration inférieure ou égale à 10 % de son éluat cause un effet sur 50 % des organismes testés.
- **CE20 ≤ 0,1 % pour les tests d'écotoxicité chronique sur éluats** - essais sur micro algues (72 h) et sur cériodaphnies (7 jours) ou daphnies (21 jours) : le déchet est considéré "écotoxique" vis-à-vis du test concerné si une concentration inférieure ou égale à 0,1 % de son éluat cause un effet sur 20 % des organismes testés. Dans le cas du test Cériodaphnies ou Daphnies, il s'agit d'une CE20 sur la reproduction.
- **CE50 ≤ 10 % pour les tests d'écotoxicité sur matrices solides** - essais sur plantes et vers de terre : le déchet est considéré "écotoxique" vis-à-vis du test concerné si une concentration inférieure ou égale à 10 % de déchet dans un substrat de sol artificiel cause un effet sur 50 % des organismes testés.

Rappel

Les tests de toxicité permettent généralement de tracer une courbe dose/effet indiquant l'intervalle de concentrations pour lesquelles l'effet passe de 0 à 100 %. Dans la pratique, le paramètre généralement mesuré est la valeur de la concentration théorique entraînant un effet sur 50 % des organismes testés. Il s'agit de :

- la CL50 (Concentration Létale) pour des tests de mortalité,
- la CI50 (Concentration Inhibitrice) ou CE50 (Concentration Efficace) pour les tests s'appuyant sur des réponses quantitatives à des effets sublétaux : inhibition de la croissance, de la reproduction ou d'une activité telle que la mobilité ou la bioluminescence.

L'utilisation de la CL50 (ou CE50) pour caractériser la toxicité d'un échantillon est un choix arbitraire lié à des considérations statistiques. D'autres concentrations, telle que la CE20, peuvent être préférées.

4-2 Descriptifs des bio-essais

Les protocoles prévus dans la procédure H14 du Ministère sont indiqués dans le tableau 2 ci-dessous.

Tableau 2
Batterie de bio-essais composant la procédure H14 du Ministère et références normatives

Test Norme	Seuils H14 proposés en %*	Organisme	Espèce	Niveau trophique	Critère de toxicité
Microtox 30 min. XP T90-320	CE50≤10%	Bactérie	Vibrio fischerie	Décomposeur	Inhibition de luminescence
Daphnies 48h NF EN ISO 6341 (T90-301)	CE50≤10%	Microcrustacé	Daphnia magna Straus	Consommateur primaire	Mobilité
Algues 72h NF EN 28 692 (T90-304)	CE20≤0,1%	Algue unicellulaire	Raphidocelis subcapitata Scenedesmus subpsicatus	Producteur primaire	Croissance
Cériodaphnies 7 j Protocole Agences de l'Eau 1995	CE20≤0,1%	Microcrustacé	Ceriodaphnia dubia	Consommateur primaire	Survie et reproduction
Plantes ISO 11 269/2	CE50≤10%	Végétaux supérieurs	2 espèces à choisir dans une liste	Producteur primaire	Emergence et croissance
Vers de terre FD X31-251	CE50≤10%	Lombriens	Eisenia fetida	Cosommateur primaire	Mortalité

* : "% d'éluat" pour les tests Microtox, Daphnies, Algues et Cériodaphnies ; "% de déchet" pour les essais sur plantes et vers de terre.

Test Microtox (5, 15 voire 30 min)

La norme XP T90-320 est applicable aux effluents industriels ou urbains, aux éluats, ainsi qu'aux eaux douces, marines et saumâtres.

Ce test repose sur l'émission de lumière par des bactéries marines (*Vibrio fischerie*). Cette émission est le résultat d'un processus métabolique complexe et l'inhibition d'une seule des nombreuses enzymes y participant perturbe son intensité. Le test consiste à déterminer, dans les conditions définies par la norme, la concentration de l'échantillon à expérimenter qui, en 5, 15 et si nécessaire 30 minutes, inhibe 50 % de la luminescence produite par une suspension de bactéries *Vibrio fischerie*. Cette concentration, dite concentration inhibitrice, est désignée par "CI50-t", t représentant le temps d'exposition.

Test sur daphnies (24h ou 48h)

La norme NF EN ISO 6 341 (T90-301) est applicable :

- aux substances chimiques solubles dans les conditions de l'essai ne pouvant être maintenues en suspension ou en dispersion stable dans les conditions de l'essai ;
- aux effluents industriels et urbains, épurés ou non, s'il y a lieu après décantation, filtration ou centrifugation ;
- aux eaux de surface et aux eaux souterraines.

Les daphnies sont des microcrustacés vivant dans les eaux douces ou saumâtres, stagnantes ou à cours d'eau. Elles ont la particularité de nager en permanence, excepté lorsqu'elles sont soumises à un "stress" quelconque. En conséquence, l'évaluation de l'effet toxique se fait par mesure de l'inhibition de la mobilité sachant que celle-ci précède généralement la mort.

Les essais sont réalisés sur des *Daphnia magna Straus* âgées de moins de 24 h car leur sensibilité aux toxiques est influencée par leur âge. La mise en expérimentation des organismes doit être effectuée dans des récipients maintenus à $20 \pm 2^\circ$ C dans l'obscurité ou sous des cycles jour/nuit de 16 h/8 h. Le temps d'exposition est de 24 h ou 48 h. A l'issue de la période d'essai, les daphnies mobiles sont dénombrées. Celles qui agitent encore leurs antennes mais ne se déplacent pas dans les 15 secondes qui suivent une légère agitation du milieu sont considérées comme immobilisées. On détermine ainsi la concentration de l'échantillon qui immobilise 50 % des *Daphnia magna Straus* mises en expérimentation. Cette concentration, dite concentration efficace inhibitrice, est désignée par "CE50-t", t représentant le temps d'exposition (24 h ou 48 h).

Remarque

Dans la dernière version de la procédure H14 (janvier 1998), le seuil proposé par le Ministère est une CE50-48 h, légèrement plus sévère que la CE50-24 h, mais cette étude ayant démarré avant la parution de cette modification les tests Daphnies présentés ici ont été réalisés avec un temps d'exposition de 24 h.

Test sur algues (72 h)

La norme NF EN 28 692 (T90-304) est applicable aux substances uniquement. Il existe une norme adaptée aux effluents mais cette dernière est à l'état de projet et peut évoluer. Le Ministère s'est donc orienté vers une norme européenne dont la mise en œuvre n'est plus du domaine de la recherche.

Le test consiste à cultiver des cellules algales appartenant à la même espèce (*Raphidocelis subcapitata* ou *Scenedesmus subspicatus*) dans un milieu contenant un mélange de substances nutritives et de substances à expérimenter. Les milieux d'essais sont incubés sous une lumière blanche continue dans des récipients fermés pendant une période minimale de 72 h [Température : $23 \pm 2^\circ \text{C}$]. Les cellules algales sont maintenues en suspension par agitation ou aération (barbotage) afin d'améliorer les échanges gazeux et de réduire la variation du pH dans les solutions d'essai. En fin d'essai et toutes les 24 h, la concentration cellulaire est mesurée par comptage ou par mesure de la densité optique.

On détermine ainsi la concentration de l'échantillon à tester qui, en 72 h, cause une diminution de 50 % de la croissance ou du taux de croissance par rapport aux solutions témoins. Cette concentration est désignée par "CE50-72 h".

Test sur cériodaphnies (7 jours)

Le protocole retenu par le Ministère de l'Environnement est celui proposé par les Agences de l'Eau : "Le test de toxicité chronique *Ceriodaphnia dubia* à 7 jours - Rapport des essais inter-laboratoires. Document de synthèse, 1995".

Ce test repose sur le mode de reproduction parthénogénétique⁹ de ce microcrustacé : dans des conditions environnementales favorables, chaque femelle produit des œufs qui donneront à leur tour des animaux femelles. Notons que le nombre de descendants varie selon les conditions du milieu et diminue lorsque celles-ci sont défavorables. Plusieurs facteurs peuvent également entraîner l'apparition de mâles (diminution de la quantité de nourriture...) et une reproduction sexuée se met alors en place.

Ce test de toxicité chronique, réalisé en milieu aqueux et en conditions semi-statistiques, permet de suivre la survie et la reproduction des femelles *Ceriodaphnia dubia* exposées à un éluat ou un effluent durant 7 jours. Pour ce faire, on expose de jeunes femelles cériodaphnies dont l'âge est compris entre 6 h et 24 h à différentes concentrations de l'échantillon testé durant 7 jours, période qui correspond en principe à l'obtention d'au moins trois pontes. Les juvéniles doivent être issus d'une portée de plus de 8 petits.

Le test est généralement lancé un vendredi (J0) et le milieu est ensuite renouvelé à J0 + 3, J0 + 4, J0 + 5 et J0 + 6. Plus généralement, le milieu est renouvelé tous les jours à l'exception du week-end.

A chaque renouvellement, on note la mortalité des mères et le nombre de juvéniles. Ces valeurs permettent de déterminer :

- la NOEC (Non Observed Effect Concentration)-survie, c'est-à-dire la plus forte concentration qui ne provoque pas la mort,

⁹ Parthénogénèse : reproduction asexuée d'un (ou plusieurs) individu(s) à partir d'un (ou plusieurs) ovule(s) non fécondé(s).

- la LOEC (Lowest Observed Effect Concentration)-survie, c'est-à-dire la plus faible concentration qui provoque la mort.

Par comparaison avec un lot témoin, on calcule également :

- la NOEC-reproduction, c'est-à-dire la plus forte concentration qui ne provoque pas d'effet significatif sur le nombre de juvéniles produits par cycle et par mère,
- la LOEC-reproduction, c'est-à-dire la plus faible concentration qui provoque un effet significatif sur le nombre de juvéniles produits par cycle et par mère.

Test sur les vers de terre

La norme FD X31-251 (mai 1994) reproduit intégralement la première partie de la norme internationale ISO 11 268 : "QUALITÉ DES SOLS - Effets des polluants vis-à-vis des vers de terre (*Eisenia fetida*)". Cette dernière comprend les parties suivantes :

- Partie 1 : Détermination de la toxicité aiguë en utilisant des substrats de sols artificiels,
- Partie 2 : Détermination des effets sur la reproduction,
- Partie 3 : Lignes directrices concernant les essais sur sites.

La norme FD X31-251, ou ISO 11 268-1, décrit une méthode de détermination de la toxicité aiguë d'une substance vis-à-vis de *Eisenia fetida* après absorption cutanée et ingestion, en utilisant un substrat artificiel.

Elle consiste à déterminer le pourcentage de mortalité de lombriciens adultes placés dans un substrat défini, contenant la substance expérimentée¹⁰ à différentes concentrations, après 7 et 14 jours d'exposition. On détermine ainsi la CL50, ou concentration létale, c'est-à-dire la concentration de substance expérimentée qui provoque la mort de 50 % des animaux soumis à l'essai au bout de 14 jours (CL50-14 jours). On peut également déterminer la plus forte concentration expérimentée pour laquelle aucun effet létal ou autre n'est observé (CSEO : concentration sans effet observable).

Critère de mortalité : absence de réaction à un léger stimulus mécanique appliqué à l'extrémité antérieure du ver.

Substrat de base :

- 10 % de tourbe à sphaignes finement broyée,
- 20 % d'argile kaolinique,
- 70 % de sable quartzique (granulométrie comprise entre 50 et 200 µm),
- carbonate de calcium pulvérisé.

pH du substrat : 6,4.

¹⁰ La substance est ajoutée en une seule fois et l'essai est réalisé sans renouvellement de la substance.

Test sur les plantes

La norme ISO 11 269-2 (1995), correspond à la deuxième partie de la norme ISO 11 269 "QUALITÉ DES SOLS - Détermination des effets des polluants sur la flore du sol" comprenant 4 parties :

- Partie 1 : Méthode de mesurage de l'inhibition de la croissance des racines,
- Partie 2 : Effets des substances chimiques sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs,
- Partie 3 : Méthode pour le mesurage de la germination,
- Partie 4 : Lignes directrices concernant les essais sur sites utilisant des végétaux supérieurs.

Elle a pour objet la détermination des éventuels effets toxiques de substances chimiques solides ou liquides incorporées dans le sol sur l'émergence et les premières phases de la croissance. L'essai doit comporter au moins deux espèces appartenant chacune à l'une des deux catégories indiquées dans la norme. Il dure 14 à 21 jours, après que 50 % des semis témoins aient émergé.

Les semences des végétaux sélectionnés sont plantées dans des pots contenant le sol d'essai et les substances à expérimenter à des concentrations diverses. Des pots témoins, sans la substance à expérimenter, sont également constitués. L'émergence et la masse des pousses des végétaux d'essai sont déterminées et comparées à celles des végétaux témoins.

L'émergence est exprimée en pourcentage de semences qui émergent par rapport aux lots témoins et les effets sur la croissance sont exprimés comme étant la différence de masse entre la partie supérieure des végétaux traités et des végétaux témoins.

L'essai permet de déterminer la concentration la plus faible entraînant une réduction significative de l'émergence et de la croissance (LOEC).

4-3 Choix du test de lixiviation

Selon la procédure H14 du Ministère, le choix du test de lixiviation doit être effectué selon la norme XP X30-417, guide d'orientation pour le choix du test en fonction de l'état physique du déchet (fragmenté, granulaire ou monolithique).

Remarque : Cas des déchets solidifiés/stabilisés

L'évaluation du caractère "dangereux pour l'environnement" des déchets issus de procédés de stabilisation ou de vitrification doit tenir compte du comportement à long terme de ces déchets. De ce fait, la procédure H14 du Ministère ne s'applique pas aux déchets stabilisés ou vitrifiés (cf. page 6/18 du guide technique "critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets - janvier 1998"). Dans le cadre de cette étude, nous avons tout de même testé un REFIOM avant et après stabilisation par des liants hydrauliques compte tenu de la situation paradoxale de la France où le statut de déchets stabilisés est requis pour l'admission en décharge de déchets dangereux alors que les déchets stabilisés ne sont justement pas classés dangereux dans la décision 94/904 reprise dans le décret du 15/05/97. Les conditions de lixiviation du REFIOM S/S sont précisées dans le paragraphe 4.2 du chapitre III.

4-4 Modification de la procédure H14 en janvier 1998

Parmi les modifications entre la première version de la procédure H14 du Ministère (septembre 1997), appliquée ici, et la dernière version (janvier 1998). Il s'agit de la dernière version officielle. Depuis, le Ministère a poursuivi ses réflexions avec les industriels et proposé de nouvelles modifications. Ni l'Association RE.CO.R.D. ni POLDEN n'ont été associés à ces réflexions et nous ne pouvons donc en faire état ici.

Nous pouvons noter que :

- le test d'écotoxicité aiguë sur daphnies est désormais réalisé avec un temps d'exposition de 48 h ; on détermine donc une CE50-48 h et non plus une CE50-24 h ;
- Le seuil fixé pour les tests d'écotoxicité chronique sur éluats (Algues et Daphnies 7 ou 21 jours) est une CE20 \leq 0,1 %. Pour les besoins de l'étude, les CE20 Algues et Daphnies ont donc été calculées par le CSE de Metz sur la base des résultats fournis par le LSEH de Lyon qui ne dispose pas, pour l'instant, d'un logiciel déterminant ces valeurs.

ORGANISATION ET CONTENU DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

1- ORGANISATION DU PROGRAMME

1-1 Groupe de travail

Pour mener à bien cette étude, nous avons constitué un groupe de travail sur l'écotoxicité des déchets. Celui-ci est composé par des représentants :

- du **Laboratoire Santé Environnement Hygiène de Lyon (LSEH)**, successeur de l'Institut Pasteur de Lyon ;
- du **Centre des Sciences de l'Environnement de Metz (CSE)**.

Les noms et les coordonnées des participants sont fournis dans le tableau 3 ci-après.

Tableau 3
Noms et coordonnées des participants du groupe de travail "écotoxicité"

Noms	Organisme	Téléphone	Télécopie
J.F. Féraud	CSE de Metz 1, rue des Recollets BP 4025 57 040 Metz cedex 01	03 87 75 66 73	03 87 75 81 89
M. Garrivier Mme Cario	LSEH Dpt analyses 321, avenue Jean Jaurès 69 362 Lyon cedex 07	04 72 76 16 16	04 78 72 35 03
Y. Perrodin J. Méhu L. Grelier-Volatier	POLDEN INSAVALOR Bât CEI BP 2132 27, Bd du 11 novembre 1918 69 603 Villeurbanne cedex	04 78 89 51 65	04 72 43 98 66

Ce groupe de travail s'est réuni une première fois le 24 avril 1997¹¹ afin de déterminer les protocoles expérimentaux à appliquer et préciser les modalités de mise en œuvre de ces tests¹².

¹¹ Compte-rendus en annexe 1 du rapport.

¹² Nous rappelons qu'en avril 1997 la procédure H14 du Ministère n'étant pas disponible, nous avons travaillé sur les propositions formulées par POLDEN et validées par le comité de pilotage en 1996.

La deuxième réunion a eu lieu le 12 septembre 1997. L'objectif était d'analyser les premiers résultats (Microtox, Daphnies 24 h et Algues) et de faire des propositions concrètes au comité de pilotage de l'étude pour la suite du programme.

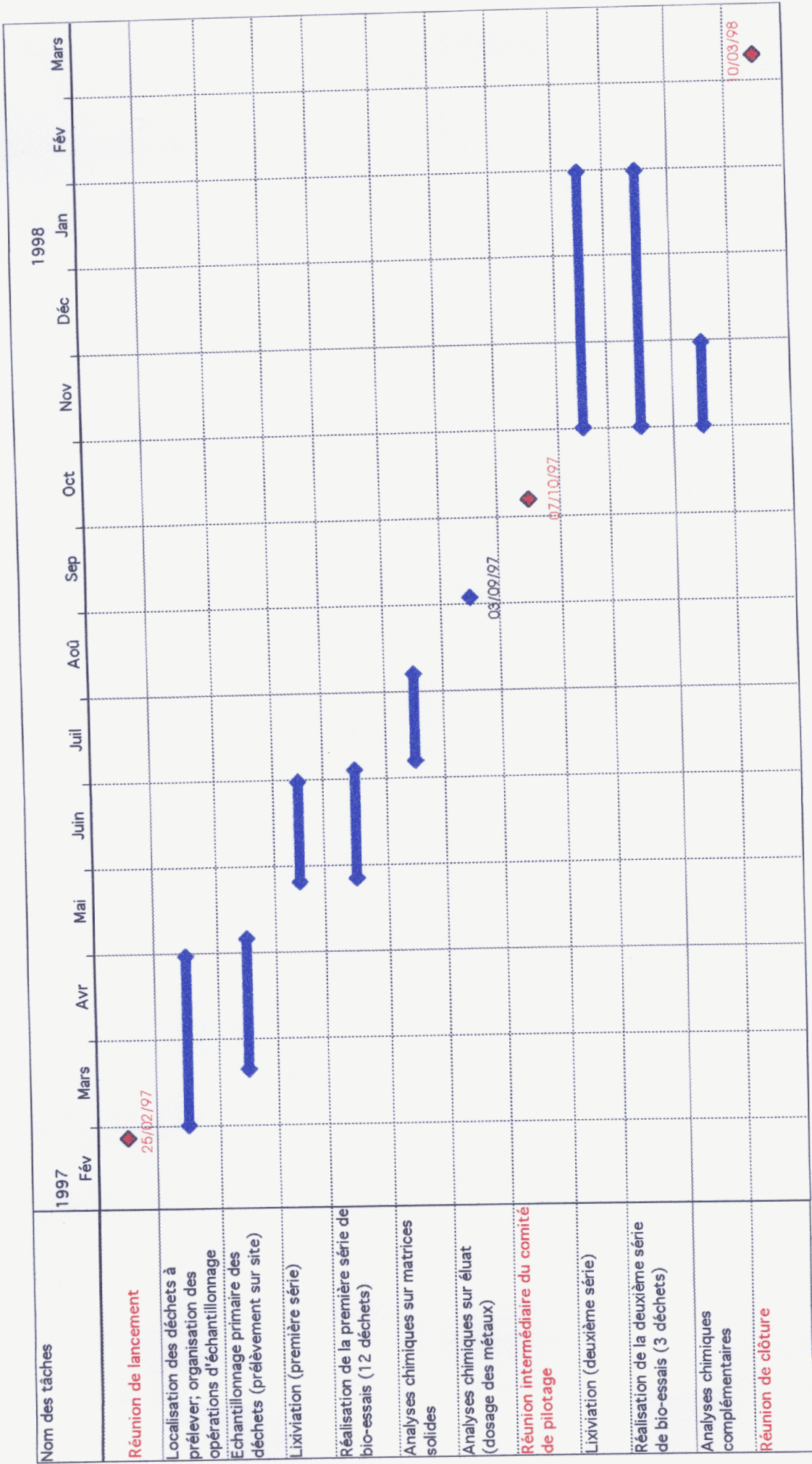
Plus généralement, les différentes étapes du programme expérimental sont résumées dans le planning page suivante.

1-2 Réalisation des bio-essais

Le LSEH de Lyon a été chargé de la réalisation des tests Daphnies, Microtox, Algues et Cériodaphnies sur des éluats fournis par POLDEN.

Les tests plantes et vers de terre ont été confiés à l'INERIS. Le calcul des CE20 des tests Algues et Cériodaphnies a été réalisé par le CSE de Metz. Par ailleurs, Jean-François Féraud (CSE) est également intervenu à titre d'expert écotoxicologue.

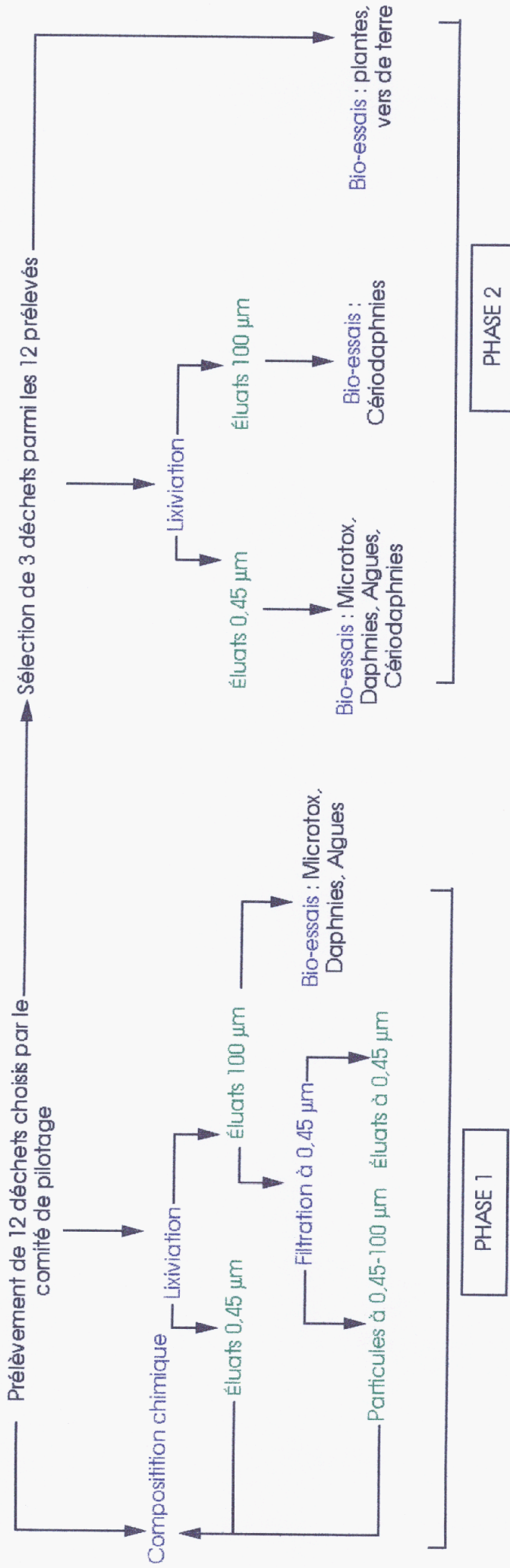
PLANNING DU PROGRAMME EXPERIMENTAL



2- CONTENU DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Voir figure page suivante

Figure 1
Contenu du programme expérimental



3- CHOIX DES DÉCHETS À ÉTUDIER

Afin de déterminer si la procédure H14 est suffisamment discriminante pour permettre la classification des déchets industriels vis-à-vis du critère H14 "écotoxique", nous avons choisi d'étudier des déchets présentant une large gamme de dangerosité "a priori".

La sélection des douze déchets (phase 1) par le comité de pilotage repose sur la classification des déchets (inertes/non dangereux/dangereux) proposée, à l'époque, dans la sixième version du projet de décret sur les différentes catégories de déchets (PDCD). Bien que cette classification n'ait pas été conservée dans la version finale du décret adopté le 15 mai 1997, nous la rappelons dans le tableau 4 à titre d'information.

Quant aux déchets également retenus pour la phase 2 du programme, ceux-ci ont été choisis selon les critères suivants :

- dangerosité "a priori" différente : inerte/nondangereux/dangereux ;
- importance des tonnages annuellement produits ;
- toxicité la plus faible vis-à-vis des bio-essais de la phase 1.

Ce choix ne tient pas compte des déchets largement étudiés par ailleurs, tels que les MIOMs, REFIOMs...

Tableau 4
Classification et nature des déchets prélevés

DÉCHETS (désignation PDCD)	Projet de Décret sur les différentes catégories de déchets - PDCD		Décision 94/904/CE	DÉCHETS PRÉLEVÉS
	Code	Classif.		
Laitiers de hauts-fourneaux	10020101	I	(-)	Laitiers cristallisés
Boues provenant du traitement des eaux usées urbaines	19080500	M	(-)	Boue liquide rurale valorisée en agriculture & Gâteau de filtration par centrifugation d'une boue urbaine non valorisée
Déchets secs de l'épuration des fumées	19010700	D-DIS	D	REFIOM semi-humide & REFIDI sec
Autre gâteau de filtration et absorbant usé (fabrication de substances pharmaceutiques)	07051000	D-DIS	D	Gâteau de la pharmacie
Cendres volantes de fuel	10010400	D-DIS	D	Cendres volantes de fuel
Boue à caractère dangereux provenant du traitement in situ des effluents (chimie minérale)	06050101	D-DIS	(-)	non prélevé*
Boue à caractère non dangereux provenant du traitement in situ des effluents (chimie minérale)	06050102	M	(-)	Boue d'hydroxide d'aluminium
Mâchefer de déchets ménagers et assimilés de catégorie V	19010103	?	(-)	MIOM généralement "V" et parfois "M" à cause de la fraction soluble
Mâchefer de déchets ménagers et assimilés de catégorie S	19010104	M	(-)	MIOM généralement "S" à cause du Carbone Organique Total
Déchet industriel spécial stabilisé/solidifié avec un liant hydraulique	19030101	D-DIS	(-)	REFIOM semi-humide (le même que ci-dessus) stabilisé/solidifié avec un liant hydraulique
Cendres volantes de l'incinération d'Ordures Ménagères(IOM)	19010300	D-DIS	D	Cendres volantes d'IOM fournies par le Réseau européen d'harmonisation des procédures de lixiviation/extraction

* non prélevé suite aux difficultés rencontrées pour trouver ce genre de déchets.

Classif. : classification selon le PDCD ou la Décision 94/904/CE
 Décision 94/904/CE : **D** = dangereux selon la Décision 94/904/CE / (-) = non dangereux selon la Décision 94/904/CE
 PDCD : **D-DIS** : dangereux d'origine industrielle / **M** : assimilés ménagers/non dangereux / I : inertes

DÉROULEMENT DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Les procédures d'échantillonnage (prélèvement) et de sous-échantillonnage des déchets (préparation de lots identiques) sont présentées en détail sous forme de fiches signalétiques en annexe 4 du rapport. Celles-ci contiennent pour chaque déchet prélevé :

- la date de prélèvement,
- les caractéristiques générales du déchet,
- les procédures d'échantillonnage et de sous-échantillonnage,
- le mode de conservation.

1- ÉCHANTILLONNAGE DES DÉCHETS

La localisation des lieux de production des déchets à prélever a été déterminée par les membres du comité de pilotage qui se sont chargés :

- d'une part, de transmettre à POLDEN les noms et coordonnées des personnes à contacter ;
- d'autre part, de leur annoncer notre venue et son objectif.

Du fait de cette organisation et de la participation des membres de RE.CO.R.D., les opérations de prélèvement se sont particulièrement bien déroulées.

2- SOUS-ÉCHANTILLONNAGE DES DÉCHETS

Pour la première partie du programme, nous avons décidé de préparer cinq lots homogènes de chacun des déchets prélevés :

- un lot destiné à la lixiviation en vue des analyses chimiques et des bio-essais,
- un lot pour l'analyse chimique sur matrice solide,
- un lot pour le producteur s'il en a fait la demande,
- un lot pour la déchétèque,

- un lot en réserve.

Le reste des déchets a été soigneusement conservé (voir mode de conservation ci-dessous) pour la suite du programme.

Un calendrier des opérations d'échantillonnage, sous-échantillonnage, lixiviation et mise en œuvre des bio-essais est fourni en annexe 5.

3- ÉTAT PHYSIQUE ET HUMIDITÉ (OU MASSE SÈCHE) DES DÉCHETS

• Pulvérulents	
- REFIOM : humidité	0,67 %
- REFIDI : humidité	0,19 %
- Cendres volantes de fuel : humidité	56,2 %
- Cendres volantes d'UIOM : humidité	0,5 %
• Granulaires	
- Laitiers de hauts-fourneaux : humidité	9,18 %
- Miom "V" : humidité	0,9 %
- MIOM "S" : humidité	2,09 %
- Boue industrielle : humidité	44,71 %
• Pâteux	
- Boue urbaine valorisée : humidité	66,95 %
• Liquide	
- Boue urbaine valorisée : masse sèche	2,01 %
• Monolithique	
- REFIOM S/S: humidité	25,53 %
• Fragmenté	
- Gâteau de filtration de la pharmacie : humidité	68,97 %

4- CONSERVATION DES DÉCHETS

Dans le cadre de cette étude, nous avons choisi de conserver les déchets et non pas les éluats jugés plus évolutifs. Ainsi, les lixiviations ont systématiquement été réalisées 24 h avant la mise en œuvre des bio-essais.

Toutefois, deux problèmes se posent :

- d'une part, la conservation des déchets sur une longue période. Nous rappelons que le programme expérimental a duré un an et que cinq à sept mois séparent la première série de bio-essais (Microtox, Daphnies 24 h, Algues) de la deuxième (Cériodaphnies 7 jours, plantes et vers de terre) ;
- d'autre part, la conservation des éluats durant la mise en œuvre des bio-essais qui se déroulent parfois sur plusieurs jours.

4-1 Conservation des déchets solides

Ces déchets étant pour la plupart à caractère minéral, nous avons opté pour un stockage en chambre froide à 4° C.

Cas particulier du déchet S/S

Pour ce déchet une précaution supplémentaire a été assurée afin de prévenir les effets de la carbonatation : le déchet S/S a été enveloppé dans un sac en plastique hermétiquement fermé après en avoir chassé l'air.

4-2 Conservation de la boue urbaine liquide

En ce qui concerne la boue liquide provenant du traitement des eaux usées urbaines, nous nous sommes orientés vers une conservation par congélation à -18° C. Une demi-heure après les opérations de prélèvement (durée du transport), la boue a été homogénéisée par agitation et répartie dans des flacons en polyéthylène de 1 et 2 litres que nous avons ensuite placés au congélateur.

Bien que nous ayons opté pour la congélation de la boue, il est nécessaire de préciser les limites de ce mode de conservation.

KWONG (1991, cité par CLÉMENT, 1994) a observé une augmentation des matières en suspension totales après congélation et l'apparition de matières en suspension après congélation d'un éluat centrifugé. Selon CLÉMENT (1994), cette observation est à rapprocher de celles de PERRODIN (1988) et SAWYER et McCARTY (1978). Ces derniers ont travaillé sur des boues de stations d'épuration urbaines et avancent l'hypothèse d'une coagulation des particules colloïdales par le gel pour expliquer l'augmentation de la floculation et de la décantation des boues congelées.

CLÉMENT (1994) a également étudié l'effet de la congélation sur la toxicité vis-à-vis d'*Artemia Salina* pour quelques éluats de décharge et observe une détoxification légère après congélation. Il confirme ainsi les résultats obtenus par KWONG (1991, cité par CLÉMENT, 1994) et PERRODIN (1988) qui concluent que la toxicité a été très peu affectée par la congélation. Bien que ces données bibliographiques portent sur des éluats de décharges et des bio-essais différents de ceux que nous expérimentons, c'est une tendance qui semble reconnue.

4-3 Conservation des éluats durant la mise en œuvre des bio-essais

Les éluats ont été conservés à 4° C.

5- LIXIVIATION DES DÉCHETS

5-1 Lixiviation des déchets non monolithiques

En ce qui concerne les déchets fragmentés et les boues, on se réfère au protocole du test européen (EN 12 457, référence française Pr X30-402). Il se présente sous la forme de quatre parties basées sur des rapports Liquide/Solide (L/S) différents :

- Procédure A : un essai en bâchée simple avec $L/S = 2$;
- Procédure B : un essai en bâchée simple avec $L/S = 10$;
- Procédure C : un essai en bâchée en deux étapes à $L/S = 2$ et $L/S = 8$.

Dans le cadre de la procédure H14, on applique la procédure B ($L/S = 10$).

Descriptif de la procédure B :

- granulométrie de l'échantillon : ≤ 4 mm ;
- masse de l'échantillon lixiviée équivalente à $100 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ de matière sèche ;
- solution de lixiviation : eau déminéralisée ;
- rapport L/S : 10 ± 20 % par rapport à la matière sèche ;
- récipient : flacon en verre ou PE/PP ;
- agitation : agitateur à retournement ou à rouleaux ;
- temps de contact : $24 \text{ h} \pm 0,5 \text{ h}$.

5-1.1 Cas des échantillons à forte proportion d'eau : boue liquide urbaine

Ce cas est prévu par la norme qui préconise l'analyse de la fraction liquide surnageante.

5-1.2 Conditions réelles de lixiviation

- Récipient : flacons en PE.
- Agitation : agitation par retournement sur un appareil comprenant 12 postes de travail.
- Filtration : filtration sous vide sur une membrane de 100 μm .

5-2 Lixiviation des déchets monolithiques

Le test européen du CEN TC292 (Pr X30-402) précédemment décrit pour les déchets fragmentés n'est pas applicable aux déchets monolithiques.

Afin de tenir compte des surfaces d'échange qui sont plus faibles dans le cas des déchets monolithiques, nous proposons d'utiliser le premier extrait de la norme XP X31-211. Les caractéristiques de lixiviation (ratio L/S = 10, solution, récipient, temps de contact...) sont identiques.

5-3 Réalisation des lixiviations

Les conditions de lixiviation sont présentées en annexe 6 :

- masse lixiviée (le rapport L/S se rapporte à la masse sèche équivalente),
- volume d'eau ajouté,
- volume d'éluat récupéré.

6- MISE EN ŒUVRE DES BIO-ESSAIS

Les essais Daphnies 24 h, Microtox et Algues ont été mis en œuvre sur des éluats produits et filtrés le jour même.

6-1 Préparation des éluats à expérimenter

a) Filtration

Conformément à la procédure H14 du Ministère, les éluats ont été filtrés à 100 µm (phase 1 : 12 déchets). A des fins comparatives, nous avons également testé certains éluats filtrés à 0,45 µm (phase 2 : 3 déchets). Les filtrations ont systématiquement été réalisées par POLDEN à l'exception de l'éluat provenant de la boue urbaine non valorisée qui n'a pas pu être filtré par les méthodes classiques et pour lequel une centrifugation précédée et suivie d'une filtration (respectivement 1 mm et 100 µm) a été nécessaire.

b) Neutralisation

Selon la procédure H14 du Ministère, "le pH doit être ramené à la borne la plus proche de l'intervalle de pH recommandé dans les normes ou protocoles".

Conformément à cette recommandation, nous avons travaillé à pH réel à l'exception de l'essai Microtox pour lequel un second essai a été effectué à pH ajusté, c'est-à-dire en ramenant le pH à la borne la plus proche de la fourchette (5,5-8,5).

Les ajustement de pH ont été réalisés par le LSEH préalablement à la préparation des solutions d'essai, c'est-à-dire avant dilution de l'échantillon expérimenté. Après ajustement du pH, les éluats n'ont pas été soumis à une nouvelle filtration.

Remarque

Dans le cas du REFIOM S/S, les essais ont systématiquement été réalisés à pH réel et à pH ajusté afin de distinguer les effets écotoxiques dus à la forte basicité de l'échantillon (liée à l'emploi de liants hydrauliques) de ceux liés à d'autres facteurs.

Dans le tableau 5 ci-après, nous présentons les recommandations des normes et protocoles retenus dans la procédure H14 du Ministère concernant la filtration et la neutralisation des échantillons à tester.

Tableau 5

Recommandations des normes et protocoles appliqués sur la neutralisation et la filtration des éluats

	XP T90-320 (Microtox)	NF EN ISO 6341 (Daphnies 24 h)	NF EN 8692 (Algues)	Protocole Agences de l'Eau : Cérodaphnies
pH	<p>Si le pH de l'échantillon n'est pas compris entre 5,5 et 8,5, un second essai peut être réalisé après ajustement du pH à la valeur de la borne la plus proche.</p> <p>Si nécessaire, procéder à une séparation des matières en suspension comme indiqué ci-dessous.</p>	-	<p>Normalement l'essai est effectué sans ajustement du pH. Cependant, certaines substances peuvent avoir un effet toxique dû à une acidité ou à une alcalinité trop forte. Afin de déterminer la toxicité d'une substance autre que celle due au pH, ajuster le pH de la première solution mère (avant dilution en série à 7,0 (...)).</p> <p><u>NOTE</u> : l'ajustement du pH ne doit provoquer aucune réaction chimique avec la substance à expérimenter (précipitation, complexation, par exemple (...)).</p>	-
Filtration	<p>Si nécessaire, procéder à la séparation des matières en suspension susceptibles de perturber la transmission de la luminescence bactérienne soit par centrifugation, soit par décantation complétée, si nécessaire, par une centrifugation.</p>	<p>Domaine d'application :</p> <p>a) des substances...</p> <p>b) des effluents industriels et urbains épurés ou non, s'il y a lieu après décantation, filtration ou centrifugation.</p>	-	-

6-2 Adaptations des normes

Les bio-essais, ont été réalisés selon les normes en vigueur et selon les adaptations et compléments proposés par le groupe de travail sur l'écotoxicité des déchets (cf. réunion du 24 avril 1997). Voir tableau 6.

Tableau 6
Adaptation des normes

ESSAIS	DAPHNIES	MICROTOX	ALGUES	CERIODAPHNIES	VERS DE TERRE
NORME	NF EN ISO 6 341	XP T90-320	NF EN 28692	Agence de l'Eau	FDX31-251
Recommandations des normes	Transférer les femelles porteuses dans des récipients contenant de l'eau de dilution fraîche et recueillir les nouveaux nés juste libérés dans les 24 h.	1- Lecture à 5, 15 et si nécessaire 30 min d'incubation. 2- Si le pH n'est pas compris entre 5,5 et 8,5, un second essai peut être réalisé après ajustement du pH à la borne la plus proche (5,5 ou 8,5). Si nécessaire, procéder à une séparation des matières en suspension.	1- Lecture au moins toutes les 24 h. 2- Réalisation de trois réplicats par concentration et de six témoins. 3- Le calcul du pourcentage d'inhibition selon la formule se fait soit par calcul d'aire située sous la courbe de croissance, soit par calcul du taux de croissance. 4- Comptage à l'aide d'un compte-particules ou d'un microscope à chambre de comptage. La conc. cellulaire peut également être mesurée par des méthodes indirectes : spectromètre, turbidimètre...	1- Milieu d'essai EMD : 20 % de "Perrier" et 80 % d'eau de type ultra-pure 2- Sélection des juvéniles issus d'une portée d'au moins 8 petits.	1- Lectures à 7 et 14 jours.
Adaptation et compléments	Les daphnies âgées de 0 à 24 h, nées dans le milieu d'élevage, sont recueillies par tamisage et transférées dans le milieu d'essai.	1- Lecture à 60 min si aucune C160 n'est observée à 5, 15 et 30 min d'incubation. 2- Si le pH n'est pas compris entre 5,5 et 8,5, réalisation d'un second essai après ajustement du pH à la borne la plus proche (5,5 ou 8,5). Séparation des matières en suspension non prévue sauf en cas de problème technique.	1- Lecture à t = 0 et t = 72 h. 2- Réalisation de trois réplicats par concentration et de trois témoins. 3- Calcul du pourcentage d'inhibition selon la formule $I = \frac{NT - NI}{NT} \times 100$ NT : Nb moyen de cellules à 72 h dans la solution témoin. NI : Nb moyen de cellules à 72 h dans la solution I. 4- Comptage au microscope optique.	1- Milieu d'essai M11. Ce milieu est comparable au milieu M4 ou Milieu d'Elendt (Eau ultra-pure complétement en sels minéraux) mais avec une plus faible concentration en EDTA pour éviter une complication des métaux présents dans l'échantillon à tester. 2- Possibilité de démarrer avec des organismes issus de mères ayant perdu 6 petits.	1- Pas de lecture à 7 jours.

RÉSULTATS DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL PHASE 1 (12 déchets)

Dans le présent chapitre, nous présentons les résultats des bio-essais de la phase 1 (Daphnies 24 h, Microtox et Algues), ainsi que la composition chimique des déchets (contenu total), des particules 0,45-100 µm et des éluats filtrés à 0,45 µm.

1- RÉSULTATS DES BIO-ESSAIS

Conformément à la procédure H14 du Ministère, nous rappelons que ces essais ont été réalisés sur des éluats produits selon le protocole X30-407¹³ (L/S = 10), filtrés à 100 µm puis soumis aux bio-essais à pH réel, sauf dans le cas :

- des essais Microtox pour lesquels un second essai a été effectué, si nécessaire, après ajustement du pH à la borne la plus proche de la fourchette (5,5-8,5) ;
- de l'éluat du REFIOM S/S qui, pour tous les tests, a été expérimenté avant et après ajustement du pH, si nécessaire, dans la fourchette indiquée ci-dessus pour les raisons évoquées au paragraphe 5.1 du chapitre précédent.

1-1 Présentation des résultats de la phase 1

Afin de faciliter la lecture du rapport, nous présentons ici les CE50, CI50 et CE20 obtenues respectivement pour les tests Daphnies, Microtox et Algues : tableau 7.1.

Quant à l'expression des résultats en Unité Toxique et au calcul des intervalles de confiance, ils sont fournis dans les tableaux 7.2 et 7.3, en annexe 7 du rapport.

Remarque

Lors du lancement de la phase 2, cinq mois plus tard, nous avons constaté une nette évolution du gâteau de filtration de pharmacie, stocké à 4° C dans des conditions anaérobies : évolutions visuelle (développement en surface) et olfactive (forte odeur de moisissure).

En conséquence, il nous a semblé plus juste de distinguer le déchet prélevé en sortie de production (F1) de celui stocké dans les conditions évoquées ci-dessus (F2).

Suite à cette décision, nous avons décidé de refaire les tests Daphnies et Microtox de la phase 1 sur l'éluat du déchet F2. Ces résultats apparaissent également dans les tableaux et figures qui suivent.

¹³ Cf. paragraphe 4.3 du chapitre I.

Tableau 7.1 :

Présentation des résultats des tests d'écotoxicité pratiqués lors de la phase 1 (en % d'éluat) :
Daphnies 24h, Microtox, Algues sur éluats filtrés à 100 microns

Désignation	pH	DAPHNIES CE50-t (%)			MICROTOX à pH réel CI50-t' (%)			MICROTOX à pH ajusté CI50-t' (%)			ALGUES CE20-t (%)*
		24h	5'	15'	30'	60'	5'	15'	30'	60'	
Laitiers de hauts fourneaux	A 11,9	67,18	10,22	8,7	8,5	-	>75	>75	>75	>75	72h
Boues de STEP non valorisées	B 8	7,2	2,2	1,67	1,3	-	Ajustement non nécessaire			3,36	
Boues de STEP valorisées	C 7	12,1	5,28	5,8	5,64	5,94	Ajustement non nécessaire			0,23	
REFIOM	D 13,62	1,81	0,29	0,25	0,26	-	8,7	6,39	4,29	0,49	3,43
REFIDI	E 13,32	6,8	1,1	1,01	1,02	-	>75	>75	>75	32,3	0,034
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	F1 4,77	13,65	1,43	1,57	1,72	-	3,06	3,4	3,05	-	0,11
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2 8,03	3,36	3,48	2,07	1,63	-	Ajustement non nécessaire			nd	
Cendres volantes de fuel	G 7,76	16,13	>75	>75	>75	>75	Ajustement non nécessaire			2,74	
Boue industrielle	H 5,22	>90	41,73	14,66	9,39	-	43,11	13,44	11,29	8,18	0,013
MIOM V	I 11,31	2,67	1,53	1,24	1,2	-	4,6	2,5	2,2	-	0,064
MIOM S	J 11,32	8,52	1,47	1,07	1	-	3,86	1,79	1,38	-	0,076
REFIOM S/S	K 12,69	28,8	4,26	4,27	4,3	-	Voir échantillon KN			1,68	
REFIOM S/S (lixiviat à pH ajusté)	KN 8,27	>90	Voir échantillon K			>75	>75	>75	>75	59,08	1,46
Cendres volantes d'IUOM	L 11,55	15,36	10,02	2,71	0,75	-	49,06	24,32	3,49	-	0,045

* : CE20 déterminées par le CSE sur la base des résultats expérimentaux obtenus par le LSEH

(nd) : essai non réalisé

(-) : CI50-60' non déterminée car une CI 50 a été observée à 5, 15 ou 30'

Les procès verbaux rédigés par le LSEH, laboratoire chargé de la réalisation des bio-essais de la phase 1, sont disponibles auprès de RE.CO.R.D.

Dans ces documents, le lecteur trouvera également toutes les informations statistiques liées à la détermination des CE50 (ou CE20) et leurs intervalles de confiance : intervalle dans lequel la probabilité de trouver la valeur vraie de la mesure est de 95 %.

Rappel

Le logiciel du LSEH permettant de calculer des CE50 pour le test Algues et non des CE20 (critère d'évaluation de la procédure H14 du Ministère), ces dernières ont été déterminées par le CSE de Metz en juin 1998, suite à la réunion de clôture de l'étude et à la demande du comité de pilotage¹⁴. Les valeurs de CE20 données pour le test Algues dans tous les documents antérieurs à celui-ci étaient des estimations graphiques.

1-2 Exploitation des résultats de la phase 1

Cette partie contient un certain nombre d'interprétations dont nous rappelons les limites aux lecteurs. Toute conclusion issue de cette étude concerne seulement douze déchets soumis à certains bio-essais appliqués dans des conditions particulières et ne permet donc pas une généralisation à l'ensemble des déchets. De même, les comparaisons des bio-essais entre eux se rapportent uniquement à la présente étude.

Le principal objectif d'une batterie de tests étant de fournir des informations complémentaires relatives aux effets d'un toxique sur des organismes de sensibilité différente, nous exploiterons les résultats précédemment présentés en vue d'étudier :

- la sensibilité relative et la complémentarité des bio-essais,
- le caractère discriminant des bio-essais,
- la toxicité relative des déchets étudiés,
- la toxicité des déchets étudiés vis-à-vis des seuils H14 actuellement proposés par le Ministère.

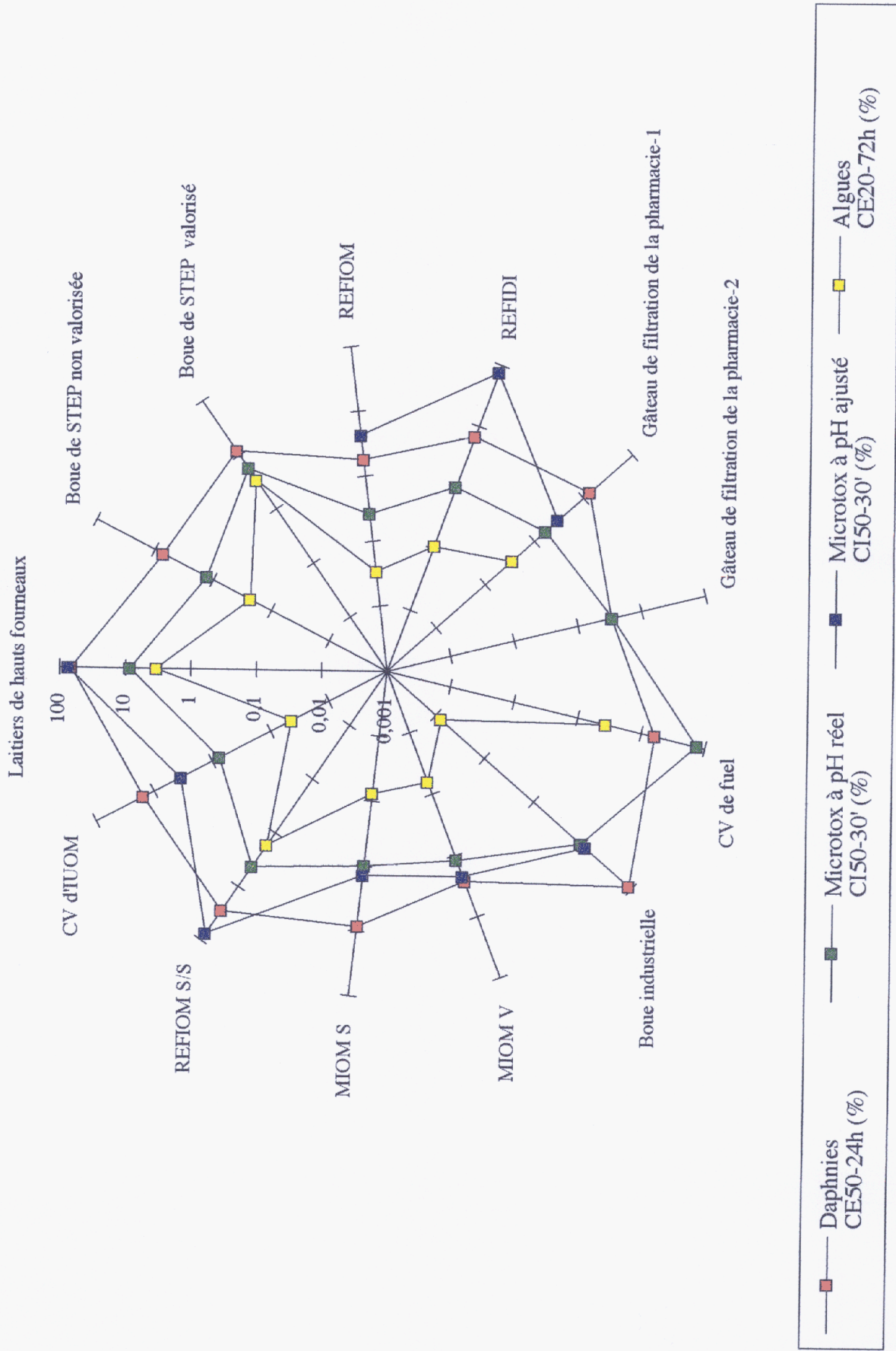
1-2.1 Sensibilité relative des bio-essais de la phase 1

Préalablement à l'application des méthodes de comparaisons rappelées et utilisées par JEAN (1991) et CLÉMENT (1994), nous présentons l'ensemble des résultats sur la figure 2¹⁵.

¹⁴ Le surcoût de ces déterminations a été pris en charge par POLDEN.

¹⁵ Les valeurs de CE50 \geq 75 % (test Microtox) sont représentées sur le graphe comme étant égales à 75 %. De même, les valeurs de CE50 \geq 90 % (test Daphnies) sont représentées sur le graphe comme étant égales à 90 %.

Figure 2 : Bio-essais de la phase 1 : Daphnies, Microtox et Algues sur éluats filtrés à 100 microns



Cette figure permet une comparaison des tests :

- **pour l'ensemble des douze déchets testés** : étude de la sensibilité relative des tests ;
- **déchet par déchet** : étude de la complémentarité des tests (plus les valeurs de CE50 ou CE20 sont réparties le long de l'axe et meilleure est la complémentarité des tests) et de l'effet de l'ajustement du pH le cas échéant.

Concernant la sensibilité relative des tests, le mode de lecture de la figure 2 est le suivant : si les valeurs de CE du test A sont globalement plus faibles que celles du tests B, alors les résultats du test A forment un cercle de plus petit rayon que celui du tests B qui peut donc être qualifié de moins sensible. Bien entendu, ce classement concerne les paramètres de la procédure H14, c'est-à-dire les mesures de CE50-24 h pour le test Daphnies, CI50-30' pour le test Microtox et CE20 pour le test Algues. En effet, dans le cadre de la présente étude nous ne comparons pas les tests dans l'absolu mais selon les critères provisoirement fixés par le Ministère.

La figure 2 montre que le test Algues est nettement plus sensible que les trois autres bio-essais (Microtox réalisé à pH réel, Microtox réalisé à pH ajusté, Daphnies) mais une comparaison de ces derniers est plus difficile du fait du manque de régularité des tendances observées. Nous pouvons tout de même noter que :

- le test Microtox réalisé à pH réel apparaît plus sensible que son homologue à pH ajusté,
- le test Daphnies apparaît globalement comme le test le moins sensible.

Un premier classement de ces tests par ordre de sensibilité croissante serait donc le suivant :

Daphnies/Microtox à pH ajusté/Microtox à pH réel < Algues.

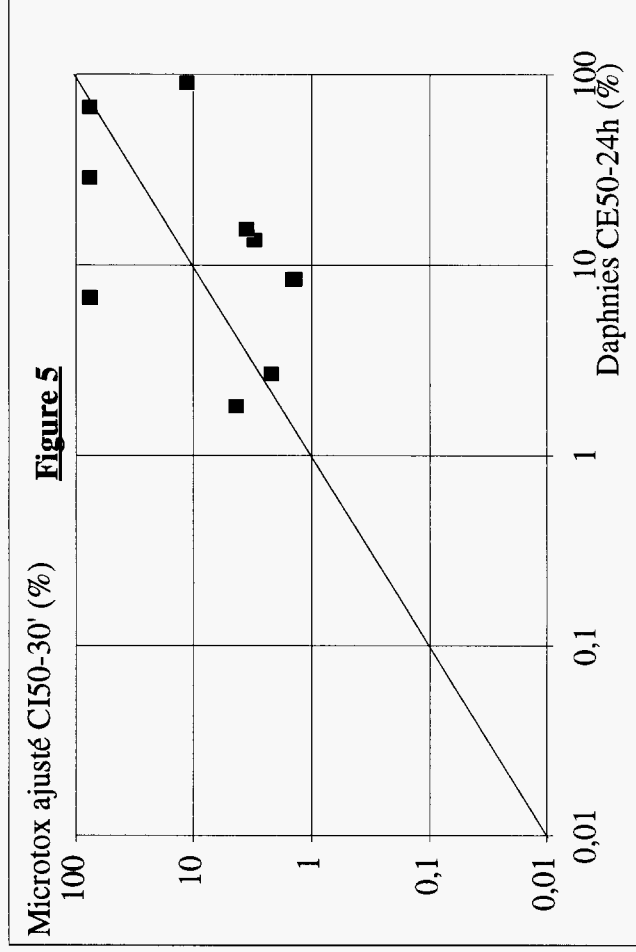
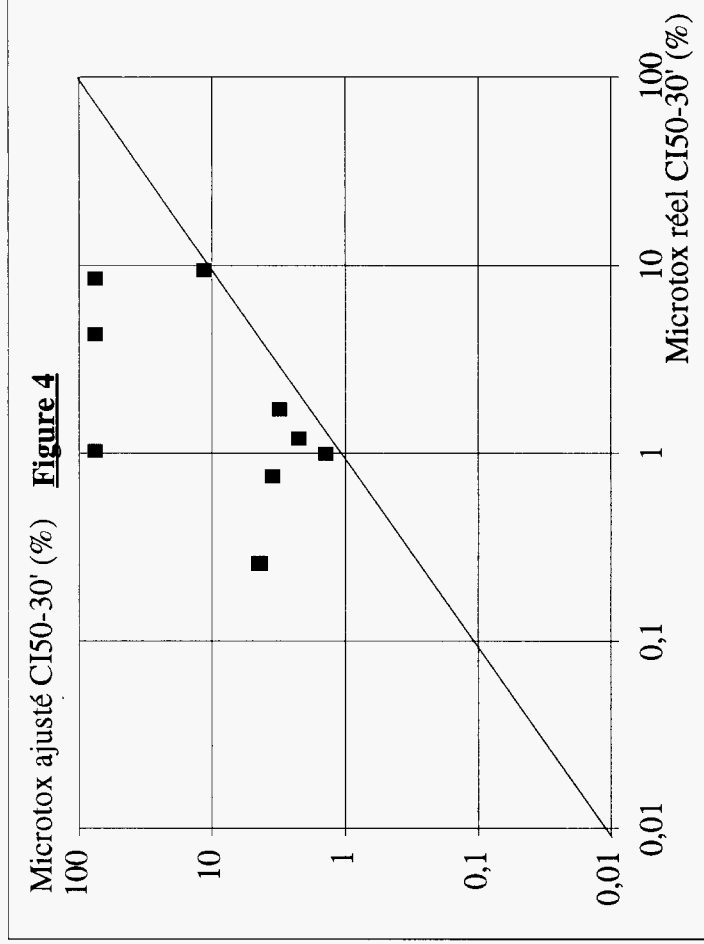
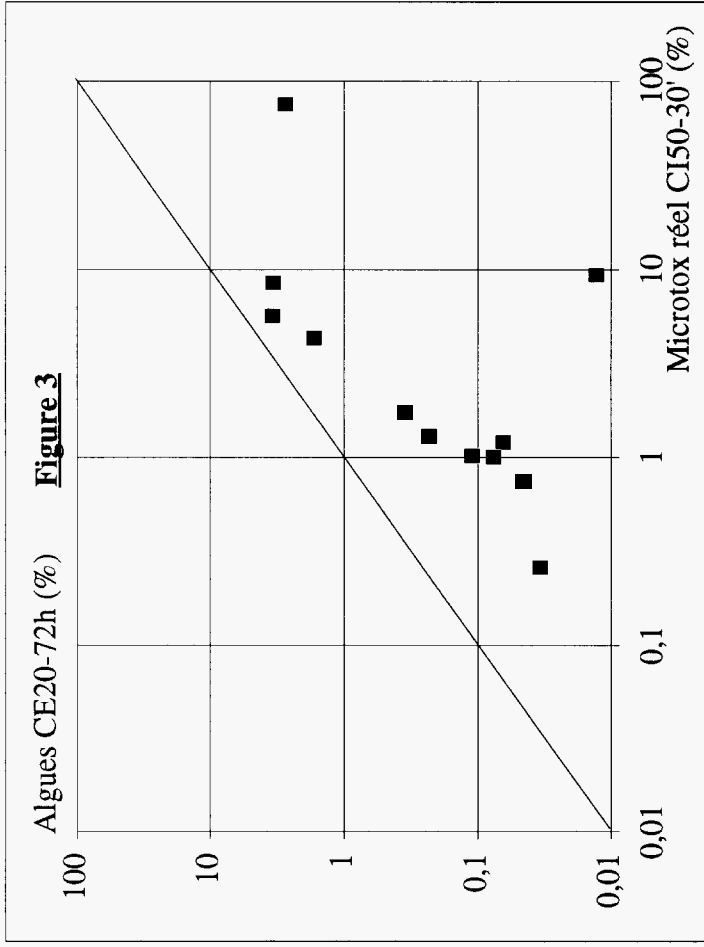
Afin d'affiner cette analyse comparative, nous pouvons appliquer une première méthode de comparaison, utilisée par BLAISE et coll. (1987) et rappelé par JEAN (1991), basée sur une représentation graphique des résultats de deux tests.

Représentation graphique des résultats de deux tests (BLAISE et Coll. (1987)

Le principe de la méthode est le suivant : en abscisse, les résultats du test A et en ordonnée les résultats du test B. La position des points de part et d'autre de la bissectrice permet d'évaluer les différences de sensibilité entre les deux tests : si les points sont majoritairement situés au-dessous de la bissectrice, alors nous concluons que le test B est plus sensible que le test A.

Ce mode de représentation graphique est proposé sur :

- la figure 3 : comparaison du test Algues et du test Microtox réalisé à pH réel,
- la figure 4 : comparaison des tests Microtox réalisés à pH réel et à pH ajusté,
- la figure 5 : comparaison du test Microtox réalisé à pH ajusté et du test Daphnies.



Ces figures montrent que :

- le test Algues est plus sensible que le test Microtox à pH réel : sur 12 points, tous sont au-dessous de la bissectrice (figure 3),
 - *Microtox à pH réel (CI50-30') < Algues (CE20 - 72 h)* ;
- le test Microtox réalisé à pH ajusté est moins sensible que son homologue à pH réel : sur 9 points, tous sont au-dessus de la bissectrice (figure 4),
 - *Microtox à pH ajusté (CI50-30') < Microtox à pH réel (CI50-30')* ;

Quant à la comparaison du test Microtox à pH ajusté et du test Daphnies, la répartition des points ne permet pas de conclure. En effet, sur 9 points, 3 sont au-dessus de la bissectrice, 4 au-dessous et 2 dessus (figure 5),

- *Daphnies (CE50-24 h) ≈ Microtox à pH ajusté (CI50-30')*.

Remarques

- La figure 3 concerne 12 déchets, c'est-à-dire les déchets du tableau 7.3 moins le gâteau de filtration de la pharmacie-2 qui n'a pas été soumis au test Algues.
- Les figures 4 et 5 concernent 9 déchets, c'est-à-dire les déchets du tableau 7.3 moins les deux boues de stations d'épuration urbaines, le gâteau de filtration de la pharmacie-2 et les cendres volantes de fuel pour lesquels un second essai à pH ajusté n'a pas été nécessaire.

Un deuxième classement de ces tests par ordre de sensibilité croissante peut donc être proposé :

Daphnies/Microtox à pH ajusté < Microtox à pH réel < Algues.

Afin de déterminer plus précisément la sensibilité relative du test Daphnies et du test Microtox réalisé à pH ajusté, nous avons appliqué une troisième méthode de comparaison, utilisée par CLÉMENT (1994), basée sur le rapport des CE.

Rapport des CE (CLÉMENT 1994)

Le principe adopté par CLÉMENT est le suivant : deux CE50 dont le rapport est supérieur à 3/2 ou inférieur à 2/3 sont considérées comme significativement différentes.

Afin de confirmer les conclusions précédemment établies et déterminer la sensibilité relative du test Daphnies et du test Microtox réalisé à pH ajusté nous présentons :

- le tableau 8 : comparaison du test Algues et du test Microtox à pH réel,
- le tableau 9 : comparaison des test Microtox réalisés à pH réel et à pH ajusté,

- le tableau 10 : comparaison du test Daphnies et du test Microtox réalisé à pH ajusté.

Les rapports des CE sont indiqués dans la troisième colonne des tableaux ; les valeurs supérieures à 3/2 ou inférieures à 2/3 étant indiquées en caractère gras.

Tableau 8
Comparaison du test Algues et du test Microtox réalisé à pH réel

	Microtox à pH réel : CI50-30' (%)	Algues CE20-72 h (%)	CE50 Microtox/ CE20 Algues
Laitiers de hauts-fourneaux	8,5	3,36	2,53
Boues de STEP non valorisées	1,3	0,23	5,65
Boues de STEP valorisées	5,64	3,43	1,64
REFIOM	0,26	0,034	7,65
REFIDI	1,02	0,11	9,27
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	1,72	0,35	4,91
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	1,63	nd	-
Cendres volantes de fuel	> 75	2,74	27,37
Boue industrielle	9,39	0,013	722,31
MIOM V	1,2	0,064	18,75
MIOM S	1	0,076	13,16
REFIOM S/S	4,3	1,68	2,56
REFIOM S/S (pH ajusté)	-	1,46	-
Cendres volantes d'UIOM	0,75	0,045	16,67

nd : bio-essai non réalisé

Les rapports "CI50 du test Microtox à pH réel/CE20 du test Algues" donnent uniquement des valeurs supérieures à 3/2 : le test Microtox réalisé à pH réel est donc moins sensible que le test Algues. On peut donc confirmer la tendance :

Microtox à pH réel << Algues (classement par ordre croissant de sensibilité).

Tableau 9
Comparaison du test Microtox réalisé à pH réel et à pH ajusté

	Microtox à pH réel : CI50-30' (%)	Microtox à pH ajusté : CI50-30' (%)	CE Microtox réel / CE Microtox ajusté
Laitiers de hauts-fourneaux	8,5	> 75	0,11
Boues de STEP non valorisées	1,3	pas nécessaire	-
Boues de STEP valorisées	5,64	pas nécessaire	-
REFIOM	0,26	4,29	0,06
REFIDI	1,02	> 75	0,01
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	1,72	3,05	0,56
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	1,63	pas nécessaire	-
Cendres volantes de fuel	> 75	pas nécessaire	-
Boue industrielle	9,39	11,29	0,83
MIOM V	1,2	2,2	0,55
MIOM S	1	1,38	0,72
REFIOM S/S	4,3	> 75	0,06
Cendres volantes d'UIOM	0,75	3,49	0,21

Le test Microtox réalisé à pH réel est plus sensible que son homologue à pH ajusté dans 7 cas sur 9 et d'une sensibilité équivalente dans 2 cas sur 9. On confirme donc la tendance :

Sensibilité Microtox à pH ajusté < Sensibilité Microtox à pH réel.

Tableau 10
Comparaison du Test Daphnies et du test Microtox réalisé à pH ajusté

	Daphnies CE50-24 h (%)	Microtox à pH ajusté CI50-30' (%)	CE Daphnies / CE Microtox
Laitiers de hauts-fourneaux	67,18	> 75	0,90
Boues de STEP non valorisées	7,2	pas nécessaire	-
Boues de STEP valorisées	12,1	pas nécessaire	-
REFIOM	1,81	4,29	0,42
REFIDI	6,8	> 75	0,09
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	13,65	3,05	4,48
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	3,36	pas nécessaire	-
Cendres volantes de fuel	16,13	pas nécessaire	-
Boue industrielle	> 90	11,29	7,97
MIOM V	2,67	2,2	1,21
MIOM S	8,52	1,38	6,17
REFIOM S/S	28,8	> 75	0,38
Cendres volantes d'UIOM	15,36	3,49	4,40

Une comparaison des résultats sur 9 déchets montre que le test Daphnies serait plutôt moins sensible que le test Microtox réalisé à pH ajusté (moins sensible dans 4 cas contre 3 et d'une sensibilité équivalente dans 2 cas). Bien qu'il soit difficile de se prononcer sur la base de 9 résultats seulement, nous proposons avec prudence la tendance de sensibilité suivante :

Daphnies ≤ Microtox à pH ajusté.

En conclusion, nous proposons le classement des tests par ordre croissant de sensibilité :

Daphnies ≤ Microtox à pH ajusté < Microtox à pH réel << Algues.

1-2.2 Complémentarité des tests de toxicité aiguë de la phase 1 : Daphnies et Microtox

Nous utilisons ici une méthode de comparaison de test de toxicité aiguë succincte qui consiste à fixer une limite arbitraire pour les concentrations de CE50 au-dessous desquelles un échantillon serait qualifié de toxique (BLAISE et Coll. 1987, BULICH 1982 cités par JEAN 1991). Cette méthode permet d'estimer la concordance entre deux essais en fonction du pourcentage d'échantillons ayant donné des résultats similaires.

Dans le cadre de cette étude, nous fixons la limite arbitraire en fonction du seuil provisoire de la procédure H14 du Ministère, à savoir : une CE50 ≤ 10 % d'éluat signifie dans le cas des tests Daphnies et Microtox que l'échantillon serait considéré comme dangereux vis-à-vis de ces tests.

Sur cette base, on attribue un signe positif aux échantillons qualifiés de "dangereux" et un signe négatif aux échantillons qualifiés de "non dangereux".

Tableau 11
Complémentarité des tests Daphnies et Microtox à pH réel

RÉPONSES		13 ÉCHANTILLONS		
Daphnies 24 h	Microtox (à pH réel)	Nombre	Pourcentage	
-	-	5	38	Concordance des réponses dans 46 % des cas
+	+	1	8	
+	-	6	46	Discordance des réponses dans 54 % des cas
-	+	1	8	
Total		13	100	

Tableau 12
Complémentarité des tests Daphnies¹⁶ et Microtox à pH ajusté

RÉPONSES		13 ÉCHANTILLONS		
Daphnies 24 h	Microtox (pH 5,5-8,5)	Nombre	Pourcentage	
-	-	5	38	Concordance des réponses dans 69 % des cas
+	+	4	31	
+	-	3	23	Discordance des réponses dans 31 % des cas
-	+	1	8	
Total		13	100	

On peut ainsi noter une discordance des résultats, donc une complémentarité des tests, dans 54 % des cas pour les tests Daphnies et Microtox réalisés à pH réel (tableau 11). Par contre, la comparaison entre le test Daphnies et le test Microtox réalisé à pH ajusté montre une discordance des résultats dans seulement 31 % des cas (tableau 12).

En conclusion, dans les conditions expérimentales appliquées ici, une comparaison des tests Daphnies et Microtox mis en œuvre sur 13 échantillons montre une meilleure complémentarité des tests lorsque le test Microtox est effectué à pH réel.

1-2.3 Caractère discriminant des bio-essais de la phase 1

DENEUVY (cité par CLÉMENT, 1994) définit la sélectivité d'un test comme sa capacité à discriminer plusieurs échantillons. Elle se traduit par une dispersion plus ou moins importante des valeurs de CE, des plus faibles aux plus élevées : un test peut être sensible mais peu sélectif.

D'autre part, selon le même auteur, une sélectivité élevée permet de supposer soit une sensibilité à divers toxiques donc la capacité du test à détecter différentes formes de toxicité, soit la contribution majeure d'un composé toxique présent dans une gamme de concentrations très large.

¹⁶ Pour la comparaison du test Daphnies et du test Microtox réalisé à pH ajusté, nous avons tenu compte des CI50 des éluats testés avec un pH compris dans la fourchette (5,5-8,5), qu'il y ait eu un ajustement de pH ou non.

Afin de déterminer le caractère discriminant ou la sélectivité des bio-essais de la phase 1, nous étudierons ici la sensibilité et la gamme de variation de chaque test, ainsi que la dispersion des réponses écotoxiques.

Sensibilité et gamme de variation

La sensibilité et la gamme de variation des tests Daphnies, Microtox et Algues sont présentées dans le tableau 13 ci-dessous.

En ce qui concerne le test Microtox réalisé à pH ajusté, il est plus juste de parler du test Microtox réalisé à pH (5,5-8,5). Comme précédemment (paragraphe 1-2.2), nous prenons en compte toutes les réponses écotoxiques obtenues avec un pH compris dans la fourchette (5,5-8,5), que celui-ci ait été ajusté ou non.

Tableau 13
Sensibilité et gamme de variation des bio-essais de la phase 1

Tests	Paramètres	Sensibilité ¹⁷ minimale	Gamme de variation ¹⁸
Daphnies	CE50-24 h	1,81	55
Microtox à pH réel	CI50-30'	0,26	385
Microtox à pH (5,5-8,5)	CI50-30'	1,3	77
Algues	CE20-72 h	0,013	264

D'où :

Classement des tests selon leur sensibilité minimale

Daphnies (CE50-24 h) < Microtox à pH (5,5-8,5) (CI50-30') < Microtox à pH réel (CI50-30') < Algues CE20-72 h

Classement des tests selon leur gamme de variation

Daphnies < Microtox à pH (5,5-8,5) << Algues < Microtox à pH réel

¹⁷ Sensibilité minimale : la plus faible valeur de CE ou CI observée dans le cadre de ce programme.

¹⁸ Gamme de variation : rapport de la plus forte et de la plus faible CE ou CI observée ; pour ce calcul, les CI50 > 75 % (Microtox) et les CE50 > 90 % (Daphnies) sont considérées égales à 100 %.

Dispersion des réponses écotoxiques

Afin de comparer les tests Daphnies, Microtox et Algues en terme de dispersion des résultats, nous avons appliqué une méthode proposée par Jean-François Férard : après un tri des CE ou CI par ordre croissant, on détermine le coefficient "f".

$$f = \frac{CE \text{ ou } CI(n+1)}{CE \text{ ou } CI(n)}, n \text{ étant l'indice de classement.}$$

Une valeur du coefficient "f" supérieure à 2 (choix arbitraire) délimite une catégorie de réponses écotoxiques. Le raisonnement est le suivant : plus il y a de catégories au sein d'un test, meilleure est la dispersion des résultats.

Le calcul des coefficients "f" et le nombre de catégories ainsi déterminées sont présentés dans les tableaux 14.1 à 14.4.

Tableaux 14.1 à 14.4 :

Calcul du coefficient "f" pour évaluer la dispersion des résultats

	Daphnies : CE50-24h (%)	Coef "f"	Cat.
REFIOM	1,81		I
MIOM V	2,67	1,48	
REFIDI	6,8	2,55	
Boues de STEP non valorisées	7,2	1,06	II
MIOM S	8,52	1,18	
Boues de STEP valorisées	12,1	1,42	
Gâteau de filtration de la pharmacie 1	13,65	1,13	
CV d'UOM	15,36	1,13	
CV de fuel	16,13	1,05	III
REFIOM S/S	28,8	1,79	
Laitiers de hauts fourneaux	67,18	2,33	
Boue industrielle	100	1,49	

	Microtox à pH réel CI50-30' (%)	Coef "f"	Cat.
REFIOM	0,26		I
CV d'UOM	0,75	2,88	
MIOM S	1	1,33	II
REFIDI	1,02	1,02	
MIOM V	1,2	1,18	
Boues de STEP non valorisées	1,3	1,08	
Gâteau de filtration de la pharmacie 1	1,72	1,32	
REFIOM S/S	4,3	2,50	III
Boue de STEP valorisée	5,64	1,31	
Laitiers de hauts fourneaux	8,5	1,51	
Boue industrielle	9,39	1,10	
CV de fuel	100	10,65	IV

	Microtox à pH [5,5-8,5] CI50-30' (%)	Coef "f"	Cat.
Boues de STEP non valorisées	1,3		I
MIOM S	1,38	1,06	
MIOM V	2,2	1,59	
Gâteau de filtration de la pharmacie 1	3,05	1,39	II
CV d'UOM	3,49	1,14	
REFIOM	4,29	1,23	
Boues de STEP valorisées	5,64	1,31	
Boue industrielle	11,29	2,00	
Laitiers de hauts fourneaux	100	8,86	III
REFIDI	100	1,00	
REFIOM S/S	100	1,00	
CV de fuel	100	1,00	

	Algues CE20-72h (%)	Coef "f"	Cat.
Boue industrielle	0,013		I
REFIOM	0,034	2,62	
CV d'UOM	0,045	1,32	II
MIOM "V"	0,064	1,42	
MIOM "S"	0,076	1,19	
REFIDI	0,11	1,45	
Boues de STEP non valorisées	0,23	2,09	
Gâteau de filtration de la pharmacie 1	0,35	1,52	III
REFIOM S/S	1,68	4,80	
CV de fuel	2,74	1,63	
Laitiers de hauts fourneaux	3,36	1,23	
Boues de STEP valorisées	3,43	1,02	IV

On peut noter que :

- les réponses écotoxiques aux tests Daphnies et Microtox à pH (5,5-8,5) peuvent être classées en trois catégories ;
- les réponses écotoxiques aux tests Algues et Microtox à pH réel peuvent être classées en quatre catégories.

D'où :

Classement des tests selon la dispersion des résultats :

Daphnies CE50-24 h = Microtox à pH (5,5-8,5) CI50-30' < Algues CE20-72 h = Microtox à pH réel CI50-30'

L'analyse des bio-essais en terme de sensibilité minimale, gamme de variation et dispersion des résultats nous permet maintenant d'évaluer le caractère discriminant (ou la sélectivité) des tests.

Dans le tableau 15, nous résumons les caractéristiques des bio-essais étudiés ci-dessus (sensibilité, gamme de variation, dispersion des réponses écotoxiques) afin de conclure sur le caractère discriminant de ces tests.

Tableau 15
Caractéristiques des bio-essais de la phase 1 : sensibilité minimale, gamme de variation, dispersion des résultats et caractère discriminant

Test	Sensibilité ¹⁹ minimale	Gamme de variation ²⁰	Nombre de catégories déterminées avec le coef. "f"	Caractère discriminant
Daphnies CE50-24 h	1,81	55	3 catégories	++
Microtox pH (5,5-8,5) CI50-30'	1,3	77	3 catégories	++
Microtox pH réel CI50-30'	0,26	385	4 catégories	+++
Algues CE20-72 h	0,013	264	4 catégories	+++

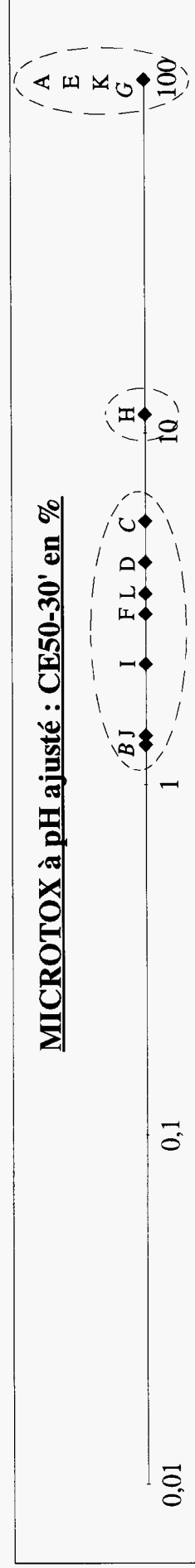
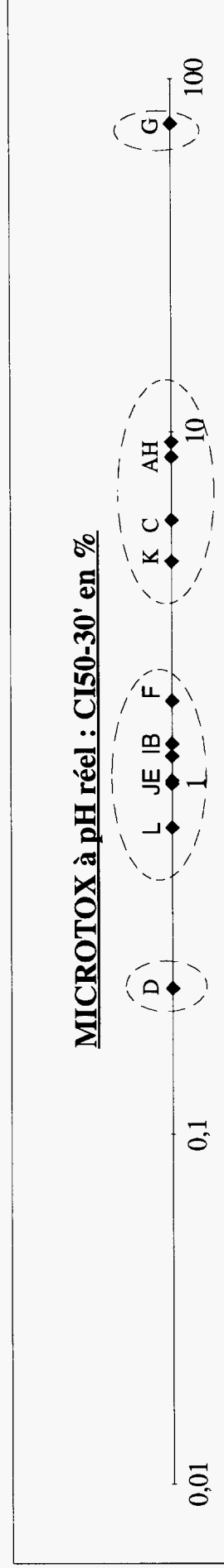
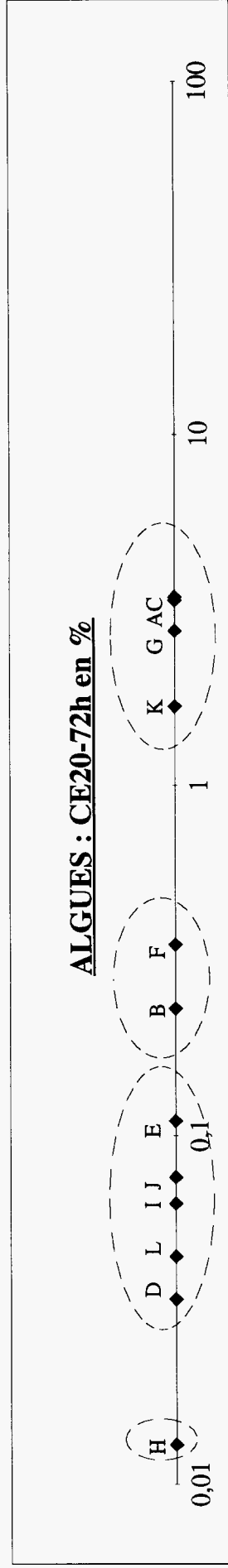
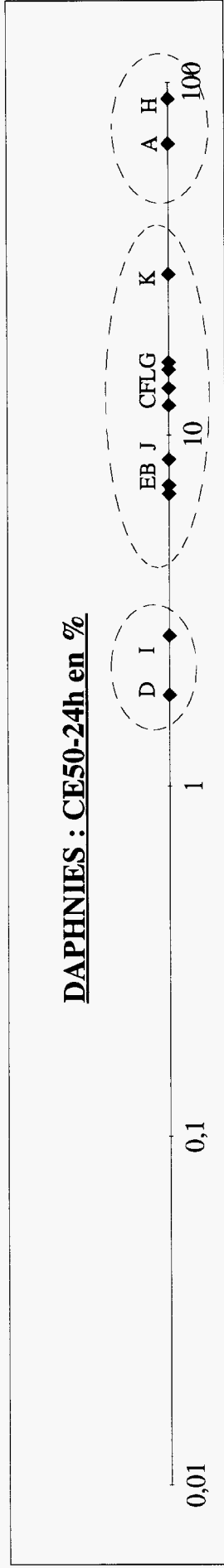
Une représentation graphique des caractéristiques présentées ici est également proposée sur la figure 6.

¹⁹Sensibilité minimale : la plus faible valeur de CE ou CI observée dans le cadre de ce programme.

²⁰Gamme de variation : rapport de la plus forte et de la plus faible CE ou CI observée ; pour ce calcul, les CI50 > 75 % (Microtox) et les CE50 > 90 % (Daphnies) sont considérées égales à 100 %.

Figure 6 : Représentation des caractéristiques des bio-essais de la phase 1 : sensibilité minimale, gamme de variation, dispersion des résultats

F=F1



1-2.4 Toxicité relative des déchets vis-à-vis des bio-essais de la phase 1

La figure 6 montre également que les réponses écotoxiques des déchets D, I, J, L (REFIOM/MIOM "V"/MIOM "S"/Cendres volantes d'UIOM) apparaissent systématiquement dans les catégories I et II précédemment établies pour chaque bio-essai : voir paragraphe 1-2.3.

Par opposition, les réponses écotoxiques des déchets A, G, K (laitiers de hauts-fourneaux/Cendres volantes de fuel/REFIOM S/S) apparaissent systématiquement dans les deux dernières catégories des tests.

Sachant que plus la catégorie des réponses écotoxiques est élevée et moins le déchet concerné est toxique, nous pouvons proposer le classement suivant :

Classement des déchets par ordre de toxicité croissante vis-à-vis des bio-essais de la phase 1

A, G, K < B, C, E, F1, H < D, I, J, L, soit :

Laitiers de hauts-fourneaux, CV de fuel, REFIOM S/S < Boues de STEP non valorisées, Boues de STEP valorisées, REFIDI, Gâteau de filtration de la pharmacie 1, Boue industrielle < REFIOM, MIOM "V", MIOM "S", CV UIOM

1-2.5 Toxicité des déchets étudiés vis-à-vis des seuils provisoires de la procédure H14 du Ministère

Dans ce paragraphe, nous présentons la toxicité des déchets étudiés vis-à-vis des bio-essais de la phase 1 et des seuils proposés par le Ministère :

- tests d'écotoxicité aiguë : $CE_{50} \leq 10\%$ d'éluat signifie que le déchets est toxique vis-à-vis du test Daphnies 24 h et/ou du test Microtox ;
- tests d'écotoxicité chronique : $CE_{20} \leq 0,1\%$ d'éluat signifie que le déchet est toxique vis-à-vis du test Daphnies chronique et/ou du test Algues.

Les figures 7, 8 et 9 permettent de visualiser la répartition des résultats autour de ces seuils. Nous avons également représenté les intervalles de confiance²¹ calculés par le LSEH de Lyon (tests Daphnies 24 h et Microtox) et le CSE de Metz (test Algues).

²¹ Nous rappelons que les intervalles de confiance sont indiqués dans le tableau 8-3 en annexe 7 du rapport.

Toxicité des déchets étudiés vis-à-vis du test Daphnies 24 h

La figure 7 montre que les réponses écotoxiques des déchets D, I, F2, E, B (REFIOM, MIOM "V", gâteau de filtration de la pharmacie-2, REFIDI, boue urbaine non valorisée) au test Daphnies 24 h sont "clairement" au-dessous du seuil proposé par le Ministère. Par "clairement", on entend que la valeur de CE50-24 h déterminée, ainsi que les bornes inférieure et supérieure constituant son intervalle de confiance sont au-dessous du seuil provisoire H14.

Par contre, dans le cas du déchet J (MIOM "S"), la valeur moyenne de la CE50 (8,52 %) est inférieure au seuil provisoire H14 (10 %) mais la borne supérieure de son intervalle de confiance est au-dessus de ce seuil (10,79 %). Pour ce déchet, un essai supplémentaire serait nécessaire pour évaluer sa toxicité vis-à-vis du test Daphnies 24 h et du seuil proposé par le Ministère. Cet essai permet uniquement de conclure que la probabilité de trouver la valeur vraie de la CE50 dans l'intervalle (6,53-10,79) est de 95 %.

De même, nous pouvons noter que les réponses écotoxiques des déchets F1, L, G, K, A, H (gâteau de filtration de la pharmacie-1, cendres volantes d'UIOM, cendres volantes de fuel, REFIOM S/S, laitiers de hauts-fourneaux, boue industrielle) au test Daphnies 24 h sont "clairement" au-dessus du seuil proposé par le Ministère. Ces déchets seraient donc classés non toxiques vis-à-vis de ce test.

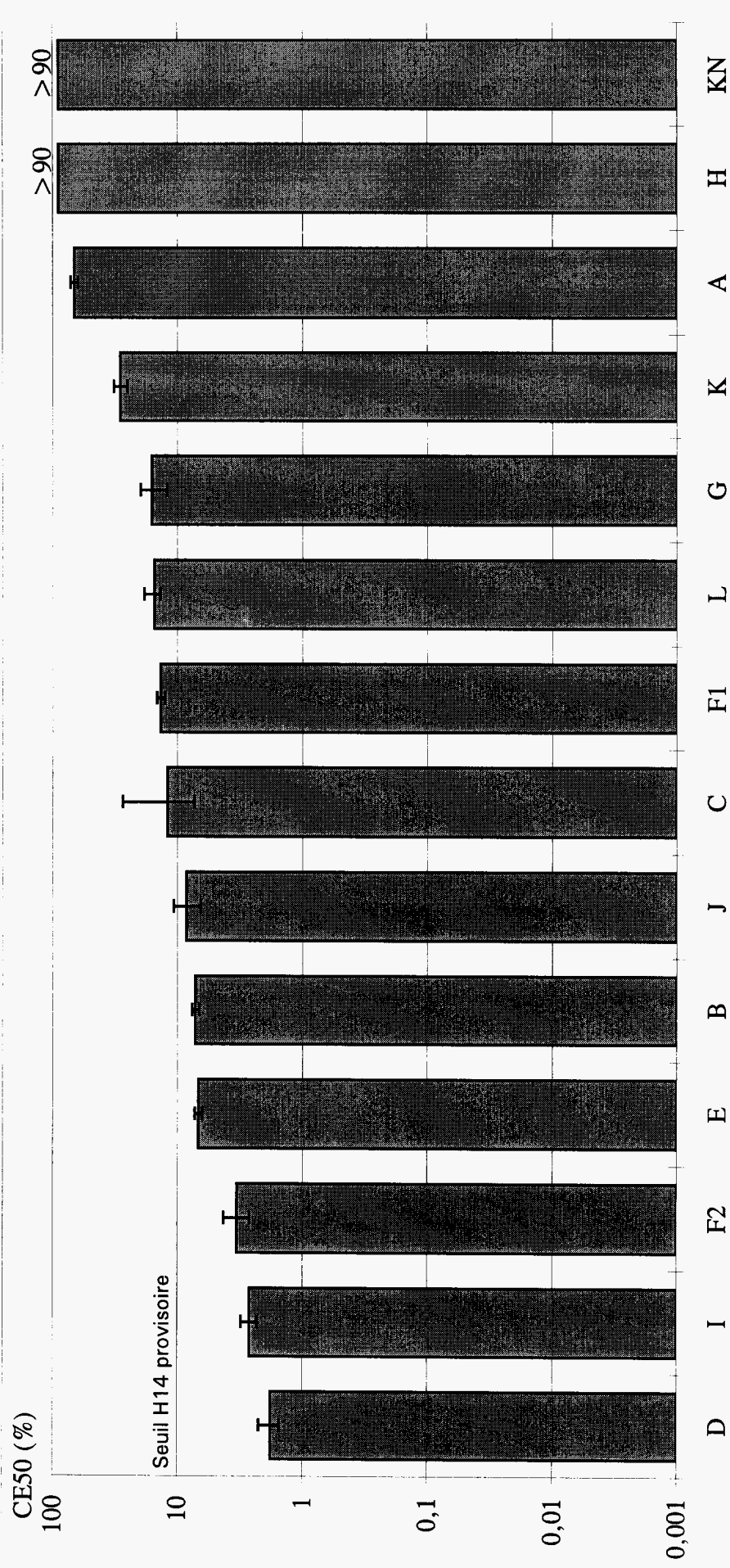
Par contre, dans le cas du déchet C (boue urbaine valorisée), la CE50 moyenne est supérieure au seuil proposé mais la borne inférieure de son intervalle de confiance (7,38-27,47) est inférieure à ce seuil. En conséquence, cet essai ne permet pas de conclure sur la toxicité ou la non toxicité de l'échantillon testé vis-à-vis du test Daphnies 24 h et du seuil actuellement proposé.

En résumé, vis-à-vis du test Daphnies 24 h et du seuil H14 provisoire :

- **Seraient classés toxiques** : les REFIOM, MIOM "V", REFIDI, le gâteau de filtration de la pharmacie-2 et la boue urbaine non valorisée ;
- **Seraient classés non toxiques** : les cendres volantes d'UIOM, le gâteau de filtration de la pharmacie-1, les cendres volantes de fuel, le REFIOM S/S, les laitiers de hauts-fourneaux et la boue industrielle ;
- **Nécessiteraient des essais supplémentaires** : les MIOM "S" et la boue urbaine valorisée.

Figure 7
Réponses écotoxiques au test Daphnies 24h

Laitiers de hauts fourneaux	A	Cendres volantes de fuel	G
Boues de STEP non valorisées	B	Boue industrielle	H
Boues de STEP valorisées	C	MIOM V	I
REFIOM	D	MIOM S	J
REFIDI	E	REFIOM S/S	K
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	F1	REFIOM S/S pH ajusté	KN
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2	Cendres volantes d'IUOM	L



Toxicité des déchets étudiés ici vis-à-vis du test Microtox

La figure 8 montre que sur 13 éluats, 9 avaient un pH hors de la fourchette (5,5-8,5). Pour ces éluats, le test Microtox a donc été réalisé à pH réel puis à pH ajusté. Ces essais permettent de conclure que les 5 déchets suivants seraient classés toxiques vis-à-vis du test Microtox à pH réel **et** ajusté : D (REFIOM), L (Cendres volantes d'UIOM), J (MIOM "S"), I (MIOM "V"), F1 (gâteau de filtration de la pharmacie-1). Les déchets A (laitiers de hauts-fourneaux) et K (REFIOM S/S) seraient "clairement" classés non toxiques vis-à-vis du test Microtox réalisé à pH ajusté, mais des essais supplémentaires sont nécessaires pour déterminer leur toxicité à pH réel : les valeurs vraies de CE50 se trouvent respectivement dans les intervalles (7-10,3) et (1,25-14,75). Dans le cas du déchet H, la boue industrielle, des essais supplémentaires sont également nécessaires pour déterminer sa toxicité vis-à-vis du test Microtox réalisé à pH réel ($8,77 < CE50 (H)^{22} < 10,05$) et du test Microtox à pH ajusté ($9,22 < CE50 (H) < 13,83$).

Enfin, en ce qui concerne les éluats ayant conduit à un seul essai Microtox (pH initial compris dans la fourchette (5,5-8,5)), nous pouvons noter que les déchets suivants seraient classés toxiques vis-à-vis du seuil H14 provisoire : B (boue urbaine non valorisée), F2 (gâteau de filtration de la pharmacie-2) et C (boue urbaine valorisée). Par opposition, le déchet G s'est révélé être non toxique vis-à-vis du test Microtox ($CE50 > 75\%$).

En résumé,

- vis-à-vis du test Microtox réalisé à pH réel et à pH ajusté :
 - **seraient classés toxiques** : les REFIOM, cendres volantes d'UIOM, MIOM "S", MIOM "V" et le gâteau de filtration de la pharmacie-1,
 - **nécessiteraient des essais supplémentaires** : les laitiers de hauts-fourneaux et le REFIOM S/S (non toxiques vis-à-vis du test Microtox réalisé à pH ajusté mais leur toxicité n'a pas pu être déterminée à pH réel).
- Vis-à-vis du test Microtox à pH réel (ajustement de pH pas nécessaire) :
 - **seraient classés toxiques** : la boue urbaine non valorisée, le gâteau de filtration de la pharmacie-2, la boue urbaine valorisée.
 - **seraient classées non toxiques** : les cendres volantes de fuel.

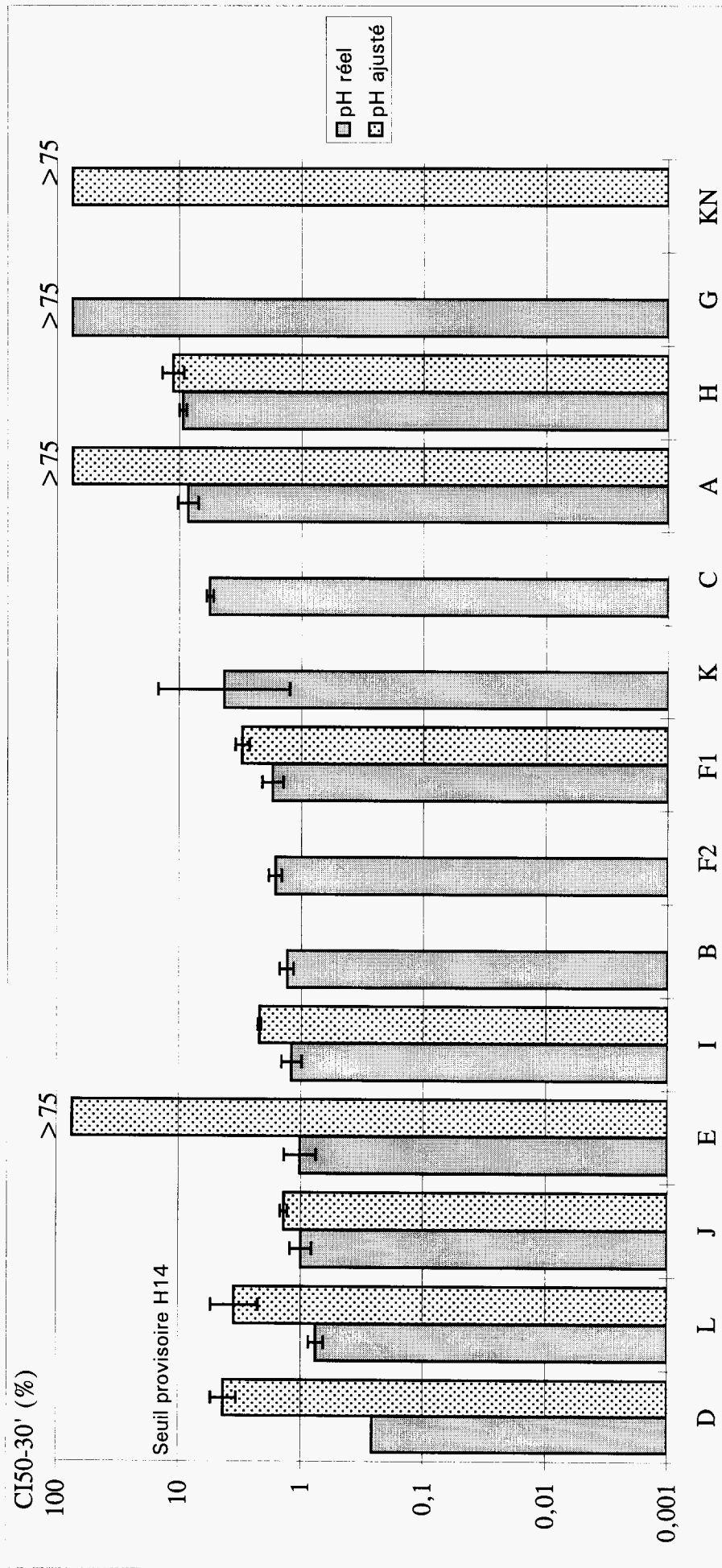
(Il s'agit ici d'une toxicité évaluée vis-à-vis du seuil H14 provisoire)

²² CE50 (H) = CE50 du déchet H.

Figure 8

Réponses écotoxiques au test Microtox 30'

Laitiers de hauts fourneaux	A	Cendres volantes de fuel	G
Boues de STEP non valorisées	B	Boue industrielle	H
Boues de STEP valorisées	C	MIOM V	I
REFIOM	D	MIOM S	J
REFIDI	E	REFIOM S/S	K
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	F1	REFIOM S/S pH ajusté	KN
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2	Cendres volantes d'IUOM	L



Toxicité des déchets étudiés vis-à-vis du test Algues

La figure 9 montre que les réponses écotoxiques des déchets H, D, L, I (boue industrielle, REFIOM, cendres volantes d'UIOM, MIOM "I") sont "clairement" au-dessous du seuil proposé dans la procédure H14 ($CE_{20} \leq 0,1$ % d'éluat). Par contre, dans le cas du déchet J (MIOM "S"), la CE_{20} moyenne est au-dessous du seuil H14 mais la borne supérieure de son intervalle de confiance est au-dessus de ce seuil. En conséquence, la toxicité ou non toxicité de ce déchet ne peut pas être déterminée avec précision, un essai supplémentaire est nécessaire.

Les réponses écotoxiques des déchets B, F1, K, G, A, C (boue urbaine non valorisée, gâteau de filtration de la pharmacie-1, REFIOM S/S, cendres volantes de fuel, laitiers de hauts-fourneaux, boue urbaine valorisée) sont "clairement" au-dessus du seuil H14 proposé. Ces déchets seraient donc classés non toxiques vis-à-vis de ce test et de ce seuil. Par contre, le déchet E (REFIDI) nécessite un essai supplémentaire. Bien que la valeur moyenne de CE_{50} soit au-dessus du seuil proposé, son intervalle de confiance varie de part et d'autre de ce seuil.

En résumé, vis-à-vis du test Algues et du seuil H14 provisoire :

- **Seraient classés toxiques** : la boue industrielle, les REFIOM, les cendres volantes d'UIOM et les MIOM "V" ;
- **Seraient classés non toxiques** : la boue urbaine non valorisée, la gâteau de filtration de la pharmacie-1, les REFIOM S/S, les cendres volantes de fuel et les laitiers de hauts-fourneaux ;
- **Nécessiteraient des essais supplémentaires** : les MIOM "S" et les REFIDI.

Toxicité des déchets étudiés vis-à-vis des tests Daphnies, Microtox, Algues et des seuils H14 provisoires

Dans le tableau 16, nous proposons une synthèse des commentaires des figures 7, 8 et 9.

Principe de lecture du tableau : seules les valeurs de CE_{50} ou CE_{20} inférieures aux seuils H14 provisoires sont indiquées. Ainsi, les cellules du tableau vides correspondent à des CE_{50} ou CE_{20} supérieures à ces seuils donc à des déchets qui seraient classés non toxiques vis-à-vis du test concerné.

Figure 9
Réponses écotoxiques au test Algues 72h

Laitiers de hauts fourneaux	A	Cendres volantes de fuel	G
Boues de STEP non valorisées	B	Boue industrielle	H
Boues de STEP valorisées	C	MIOM V	I
REFIOM	D	MIOM S	J
REFIDI	E	REFIOM S/S	K
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	F1	REFIOM S/S pH ajusté	KN
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2	Cendres volantes d'IUOM	L

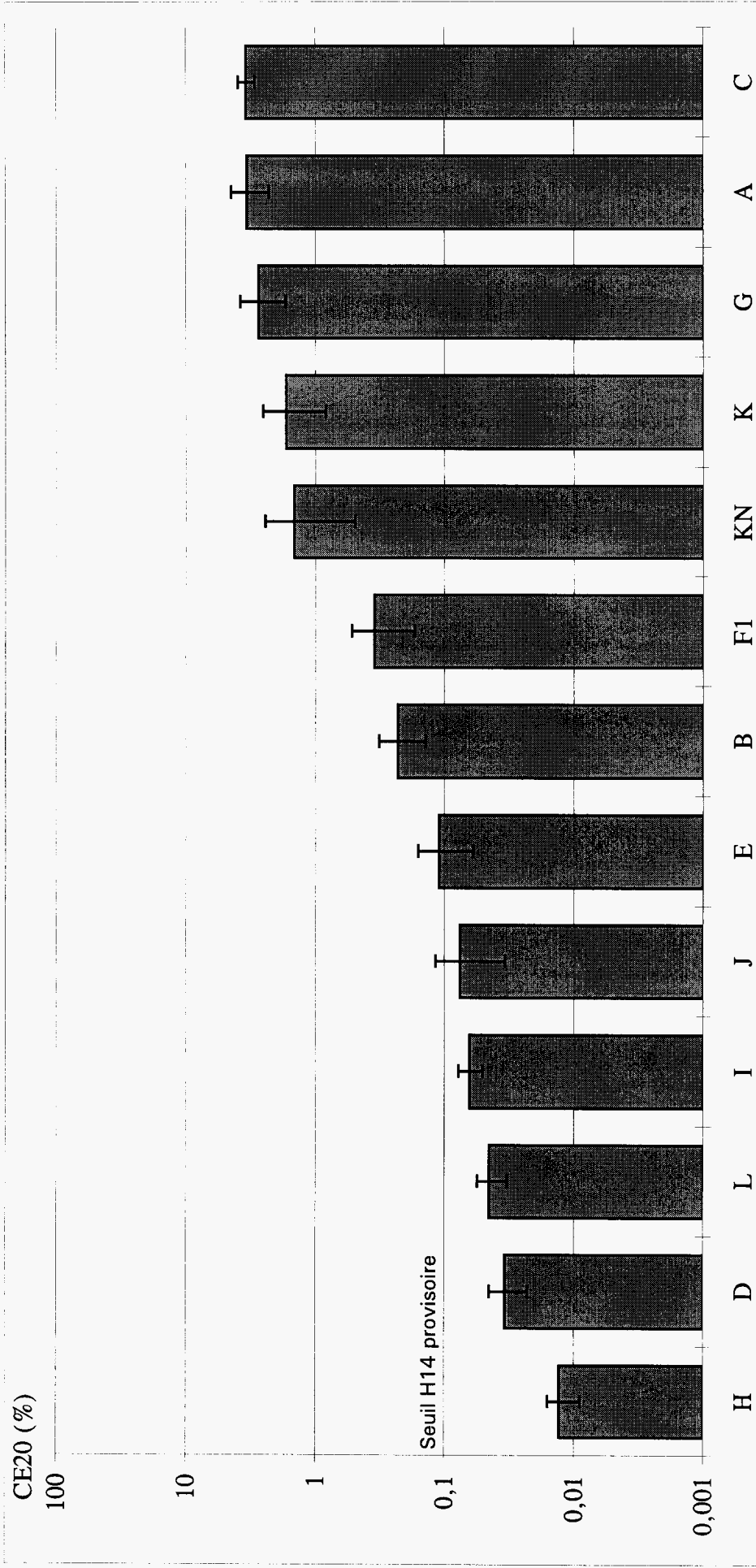


Tableau 16 :

Classement des déchets "toxiques-non toxiques" selon les seuils provisoires du Ministère pour les bio-essais de la phase 1 :
Daphnies 24h, Microtox, Algues sur éluats filtrés à 100 microns

Désignation	pH	CE50 ≤ 10% ?			CE20 ≤ 0,1% ?
		DAPHNIES CE50-t (%)	MICROTOX à pH réel : CI50-t' (%)	MICROTOX à pH ajusté : CI50-t' (%)	
Laitiers de hauts fourneaux	A 11,9		<i>essai supplémentaire nécessaire</i>		
Boues de STEP non valorisées	B 8	7,2	1,3	ajustement de pH pas nécessaire	
Boues de STEP valorisées	C 7	<i>essai supplémentaire nécessaire</i>	5,64	ajustement de pH pas nécessaire	
REFIOM	D 13,62	1,81	0,26	4,29	0,034
REFIDI	E 13,32	6,8	1,02		<i>essai supplémentaire nécessaire</i>
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	F1 4,77		1,72	3,05	
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2 8,03	3,36	1,63	ajustement de pH pas nécessaire	non déterminée
Cendres volantes de fuel	G 7,76			ajustement de pH pas nécessaire	
Boue industrielle	H 5,22		<i>essai supplémentaire nécessaire</i>	<i>essai supplémentaire nécessaire</i>	0,013
MIOM V	I 11,31	2,67	1,2	2,2	0,064
MIOM S	J 11,32	<i>essai supplémentaire nécessaire</i>	1	1,38	<i>essai supplémentaire nécessaire</i>
REFIOM S/S	K 12,69		<i>essai supplémentaire nécessaire</i>	voir échantillon KN	
REFIOM S/S pH ajusté	KN 8,27		voir échantillon K		
Cendres volantes d'IUOM	L 11,55		0,75	3,49	0,045

* : CE20 déterminées par le CSE

KN =éluat du REFIOMS/S (K) à pH ajusté

2- RÉSULTATS DES ANALYSES CHIMIQUES

2-1 Présentation des résultats

Dans les tableaux 17 à 21 nous présentons :

- la composition chimique des déchets (tableaux 17 et 18),
- la composition chimique des particules 0,45-100 µm (tableau 19),
- la composition chimique des éluats filtrés à 0,45 µm (tableaux 20 et 21),

Dosage du COT : méthode du Cahier Technique n° 12 du Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement.

Dosage du soufre total : combustion en bombe calorimétrique suivie d'un dosage des sulfates (extraction préalable des sulfates effectuée).

Dosage du chlore total : même méthode que le soufre total avec un dosage des chlorures.

Dosage des métaux par ICP (NF T90-136).

Tableau 17

Analyse du contenu total : dosage du COT, du soufre et du chlore

	COT (% sec)	Soufre total (% sec)	Chlore total (% sec)
Laitiers de hauts fourneaux	0,13	0,11	< 0,03
Boue non valorisée	32,3	1,69	0,13
Boue valorisée	32,5	0,71	0,097
REFIOM	< 0,1	4,13	10,20
REFIDI	0,57	4,48	0,53
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	13,9	0,65	< 0,05
Cendres volantes de fuel	85,8	4,50	0,07
Boue industrielle	2,35	2,58	4,26
MIOM V	1,39	0,23	0,25
MIOM S	2,70	0,94	0,48
REFIOM S/S	< 0,1	4,08	9,34
Cendres volantes d'IUOM	0,72	5,40	20,9

Tableau 18 : Analyses du contenu total
 Dosage des métaux en mg/kg de déchet sec

déchets	Al (mg/kg sec)	As (mg/kg sec)	B (mg/kg sec)	Ba (mg/kg sec)	Cd (mg/kg sec)	Co (mg/kg sec)	Cr (mg/kg sec)	Cu (mg/kg sec)	Fe (mg/kg sec)	Mg (mg/kg sec)	Mn (mg/kg sec)	Hg (mg/kg sec)	Mo (mg/kg sec)	Ni (mg/kg sec)	Pb (mg/kg sec)	Sb (mg/kg sec)	Se (mg/kg sec)	Sn (mg/kg sec)	V (mg/kg sec)	W (mg/kg sec)	Zn (mg/kg sec)
Laitiers de hauts fourneaux	64 070,48	< 6	66,57	462,51	1,90	< 0,2	26,03	20,02	11 372,51	953,05	1 016,12	nd	< 0,3	11,01	63,77	23,03	< 10	43,85	88,10	< 10	86,09
Boue non valorisée	27 391,81	< 5	45,96	850,29	11,93	2,69	225,73	921,64	22 713,45	249,12	269,01	0,96	8,30	63,74	459,65	46,90	27,72	52,28	35,32	< 10	1 983,63
Boue valorisée	17 484,98	< 5	35,01	232,03	1,35	7,56	55,42	303,50	7 411,44	255,85	283,82	0,01	6,42	34,60	247,15	< 3	48,17	24,96	17,30	< 10	5,13
REFIOM	53 805,27	< 5	116,31	452,22	85,13	3,41	262,71	476,29	10 001,00	426,15	448,61	0,06	10,53	44,62	1 421,84	166,45	< 10	474,28	37,00	< 10	4 205,35
REFIDI	61 984,55	84,68	462,53	878,90	51,97	5,82	519,72	1 205,98	63 188,52	531,75	645,13	0,06	146,48	279,92	3 517,61	156,52	557,84	353,17	324,07	64,81	16 012,84
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	59 678,88	< 5	< 12	1 257,40	< 0,3	< 0,2	9,33	23,98	4 221,78	295,03	304,06	nd	1,91	9,03	31,11	< 3	< 10	12,74	< 0,5	< 10	101,35
Cendres volantes de fuel	985,07	< 9	< 8	99,32	3,45	287,40	24,17	26,61	5 122,37	46,51	43,97	0,04	12,69	4 013,41	313,80	11,07	< 19	< 15	< 1	< 10	123,90
Boue industrielle	384 567,00	< 9	24,43	12,69	2,41	< 0,2	388,97	219,12	4 818,62	33,45	36,38	nd	11,85	1 215,14	180,33	7,34	33,55	29,36	195,01	< 10	870,20
MIOM V	44 315,90	54,93	233,40	922,54	6,94	16,00	407,44	1 625,75	45 593,56	851,11	823,94	0,04	6,84	58,05	709,26	< 6	< 10	129,78	2,31	< 10	1 763,58
MIOM S	38 392,95	< 5	174,28	970,72	8,51	< 0,2	393,15	878,51	56 712,94	< 0,05	607,96	0,02	< 0,3	62,72	3 453,24	< 3	< 10	189,48	< 0,5	< 10	2 878,71
REFIOM S/S	48 473,16	< 5	53,80	554,51	80,48	< 0,2	174,18	321,90	6 032,41	44,87	794,84	0,51	< 0,3	38,03	1 362,58	< 3	< 10	405,69	< 0,5	< 10	3 695,29
Cendres volantes d'ITUOM	46 056,08	213,84	111,96	654,63	368,17	< 0,2	463,99	1 397,01	23 340,73	747,43	747,43	0,18	25,82	65,97	11 155,94	< 3	< 10	2 397,62	< 0,5	< 10	46 863,02

nd : non déterminé.

Tableau 19

Analyse du contenu total des particules 0,45-100 microns : dosage des métaux en mg/kg de matière sèche

Déchets	Al	As	Ba	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Hg	Mo	Ni	Pb	Sb	Se	Sn	V	W	Zn
Laitiers de hauts fourneaux	A 49 014,08	<ld	580,00	37,75	<ld	29,01	43,66	10 760,56	29 605,63	813,24		<ld	16,62	60,00	<ld	178,87	<ld	50,14	<ld	130,14
REFIOM	D 36 430,00	<ld	579,60	182,10	7,70	240,10	618,50	4 086,00	9 638,00	319,40	2,10	12,50	23,40	1 982,00	329,20	<ld	692,70	39,80	128,80	5 974,00
REFIDI	E 56 625,17	114,80	1 399,72	47,99	26,69	314,11	843,29	55 919,78	12 305,67	456,29	<ld	61,83	171,37	3 710,93	296,27	<ld	361,55	299,03	355,74	22 295,99
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	F1 40 362,64	<ld	2 071,04	7,95	<ld	41,23	117,24	4 652,76	773,47	295,08		<ld	45,70	272,23	<ld	<ld	144,56	<ld	60,61	2 290,61
Cendres volantes de fuel	G 109 590,91	<ld	1 568,18	86,36	136,36	<ld	154,55	31 304,55	74 272,73	2 027,27	9,09	<ld	1 859,09	<ld	<ld	<ld	<ld	2 227,27	<ld	804,55
Boue industrielle	H 313 773,15	8,45	14,93	23,84	<ld	315,97	195,60	3 685,19	216,90	26,04		25,00	807,52	147,80	19,21	<ld	48,26	196,06	<ld	650,81
MICM V	I 64 350,00	27,83	1 045,33	8,00	7,67	318,00	910,33	12 648,33	13 633,33	1 338,67	<ld	10,17	68,83	831,50	50,00	<ld	201,50	26,17	50,33	3 796,67
MICM S	J 31 288,72	<ld	294,18	7,81	10,78	96,03	987,61	9 584,88	7 520,45	557,00	<ld	8,18	33,46	4 856,26	65,68	<ld	183,15	17,60	59,11	2 897,15
REFIOM S/S	K 45 455,06	82,02	672,47	133,71	607,87	326,40	725,84	7 915,73	21 842,70	1 151,69	<ld	<ld	179,21	3 108,99	217,42	<ld	748,88	43,26	100,56	7 224,72
Cendres volantes d'UJOM	L 48 003,95	412,65	791,90	533,00	21,74	737,15	2 667,98	17 043,48	9 830,04	874,90	<ld	41,11	101,19	20 632,41	1 164,03	<ld	6 535,57	70,95	1 215,42	75 573,12

Tableau 20

*Eluats filtrés à 0,45 µm : mesure du pH, de la conductivité,
du potentiel redox et de la fraction soluble
Dosage du COT, des chlorures et des sulfates*

	pH	Conductivité (µS)	Pot. redox (mV)	Fraction soluble (mg/l)	COT (mg/l)	Chlorures (mg/l)	Sulfates (mg/l)
Laitiers de hauts fourneaux	11,9	305	66	188	2	1,484	20,88
Boue non valorisée	8,0	5 910	82	2 579	2 740	42,2	94,23
Boue valorisée	7,0	2 517	260	2 844	1 655	39,37	16,67
REFIOM	13,6	20 338	152	21 587	10,5	8636	829,7
REFIDI	13,3	10 559	158	12 496	1	630,55	7 637
Gâteau de filtration de la pharmacie	4,8	1 824	327	6 483	3 230	30,03	306,08
Cendres volantes de fuel	7,8	1 979	316	2 661	0,9	37,2	1 562
Boue industrielle	5,2	5 819	400	4 377	16	1 777,8	4,932
MIOM V	11,3	1 155	257	1 188	14,2	215,47	126,75
MIOM S	11,3	1 797	263	1 689	93,5	339,53	394,62
REFIOM S/S	12,7	7 460	199	4 943	6,5	2 829,2	8,04
Cendres volantes d'IUOM	11,6	49 287	252	40 475	31,7	20 034	3 716
REFIOM S/S à pH ajusté	8,27				6,2		

Tableaux 21.1 et 21.2 : Eluats filtrés à 0,45 micron

Tableau 21.1 : Dosage des métaux dans les éluats en mg/l

Déchets	Al (mg/l)	As (mg/l)	B (mg/l)	Ba (mg/l)	Cd (mg/l)	Co (mg/l)	Cr (mg/l)	Cu (mg/l)	Fe (mg/l)	Mg (mg/l)	Mn (mg/l)	Mo (mg/l)	Ni (mg/l)	Pb (mg/l)	Sb (mg/l)	Se (mg/l)	Sn (mg/l)	V (mg/l)	V (mg/l)	Zn (mg/l)
Laitiers de hauts fourneaux	2,966	<0,01	<0,01	0,051	<0,003	<0,005	<0,005	0,009	0,057	0,6	<0,002	<0,005	<0,01	<0,05	<0,015	<0,02	<0,01	<0,01	<0,01	0,018
Boue non valorisée	0,174	0,06	<0,01	0,31	<0,003	0,02	0,01	0,031	3,81	21,3	0,18	<0,005	0,04	0,06	<0,015	<0,02	<0,01	0,022	<0,01	0,40
Boue valorisée	0,156	0,075	<0,01	0,24	<0,003	<0,005	<0,005	0,019	1,27	32,44	0,66	<0,005	0,01	<0,05	<0,015	<0,02	<0,01	<0,01	<0,01	0,17
REFIOM	4,704	<0,01	<0,01	0,41	<0,003	<0,005	0,12	0,028	0,014	0,052	<0,002	0,18	<0,01	14,49	<0,015	<0,02	<0,01	<0,01	<0,01	3,018
REFIDI	0,358	<0,01	<0,01	0,11	<0,003	0,006	0,065	0,006	0,028	0,06	<0,002	4,51	<0,01	1,83	<0,015	<0,02	<0,01	0,11	<0,01	1,54
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	1,182	0,106	<0,01	0,46	0,008	0,007	0,005	0,03	10,71	3,48	0,19	0,017	0,047	0,16	<0,015	<0,02	<0,01	<0,01	<0,01	3,39
Cendres volantes de fuel	2,562	0,014	<0,01	0,05	<0,003	0,084	0,032	<0,005	0,013	7,11	0,002	0,77	1,021	<0,05	0,16	<0,02	<0,01	17,74	<0,01	3,69
Boue industrielle	1,591	<0,01	<0,01	0,68	0,025	0,014	<0,005	0,04	0,014	19,83	0,68	0,009	2,89	0,13	<0,015	<0,02	<0,01	0,03	<0,01	6,67
MIOM V	103,9	<0,01	<0,01	0,25	<0,003	<0,005	<0,005	0,04	0,024	0,121	0,002	0,023	0,008	<0,05	<0,015	<0,02	<0,01	<0,01	<0,01	0,017
MIOM S	49,91	<0,01	<0,01	0,27	<0,003	0,005	<0,005	1,58	0,024	0,22	<0,002	0,23	<0,01	0,14	<0,015	<0,02	<0,01	<0,01	<0,01	0,024
REFIOM S/S	2,053	<0,01	<0,01	0,28	<0,003	<0,005	<0,005	<0,005	<0,01	0,07	<0,002	<0,005	<0,01	<0,05	<0,015	<0,02	<0,01	<0,01	<0,01	0,01
Cendres volantes d'IUOM	1,43	<0,01	<0,01	0,51	0,036	0,005	<0,005	0,025	0,016	0,26	0,002	1,077	<0,01	0,25	<0,015	<0,02	<0,01	<0,01	<0,01	0,11
REFIOM S/S à pH ajusté	0,017	<0,01	<0,01	2,51	0,023	0,007	<0,005	0,017	<0,01	0,97	0,1	<0,005	<0,01	<0,05	<0,015	<0,02	<0,01	<0,01	<0,01	0,32

Tableau 21.2 : Dosage des métaux dans les éluats en mg/kg de déchet sec

Déchets	Al (mg/kg)	As (mg/kg)	B (mg/kg)	Ba (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Co (mg/kg)	Cr (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mg (mg/kg)	Mn (mg/kg)	Mo (mg/kg)	Ni (mg/kg)	Pb (mg/kg)	Sb (mg/kg)	Se (mg/kg)	Sn (mg/kg)	V (mg/kg)	V (mg/kg)	Zn (mg/kg)
Laitiers de hauts fourneaux	29,66	<0,1	<0,1	0,51	<0,03	<0,05	<0,05	0,09	0,57	6,00	<0,02	<0,05	<0,1	<0,5	<0,15	<0,2	<0,1	<0,1	<0,1	0,18
Boue non valorisée	1,74	0,60	<0,1	3,10	<0,03	0,20	0,10	0,31	38,10	213,00	1,80	<0,05	0,40	0,60	<0,15	<0,2	<0,1	0,22	<0,1	4,00
Boue valorisée	1,56	0,75	<0,1	2,40	<0,03	<0,05	<0,05	0,19	12,70	324,40	6,60	<0,05	0,10	<0,5	<0,15	<0,2	<0,1	<0,1	<0,1	1,70
REFIOM	47,04	<0,1	<0,1	4,10	<0,03	<0,05	1,20	0,28	0,14	0,52	<0,02	1,80	<0,1	144,90	<0,15	<0,2	<0,1	<0,1	<0,1	30,18
REFIDI	3,58	<0,1	<0,1	1,10	<0,03	0,06	0,65	0,06	0,28	0,60	<0,02	45,10	<0,1	18,30	<0,15	<0,2	<0,1	1,10	<0,1	15,40
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	11,82	1,06	<0,1	4,60	0,08	0,07	0,05	0,30	107,10	34,80	1,90	0,17	0,47	1,60	<0,15	<0,2	<0,1	<0,1	<0,1	33,90
Cendres volantes de fuel	25,62	0,14	<0,1	0,50	<0,03	0,84	0,32	<0,05	0,13	71,10	0,02	7,70	10,21	<0,5	1,60	<0,2	<0,1	177,40	<0,1	36,90
Boue industrielle	15,91	<0,1	<0,1	6,80	0,25	0,14	<0,05	0,40	0,14	198,30	6,80	0,09	28,90	1,30	<0,15	<0,2	<0,1	0,30	<0,1	66,70
MIOM V	1 039,00	<0,1	<0,1	2,50	<0,03	<0,05	<0,05	0,40	0,24	1,21	0,02	0,21	0,08	<0,5	<0,15	<0,2	<0,1	<0,1	<0,1	0,17
MIOM S	499,10	<0,1	<0,1	2,70	<0,03	0,05	<0,05	15,80	0,24	2,20	<0,02	0,23	<0,1	1,40	<0,15	<0,2	<0,1	<0,1	<0,1	0,24
REFIOM S/S	20,53	<0,1	<0,1	27,80	<0,03	<0,05	<0,05	<0,05	<0,1	0,70	<0,02	<0,05	<0,1	<0,5	<0,15	<0,2	<0,1	<0,1	<0,1	0,10
Cendres volantes d'IUOM	14,30	<0,1	<0,1	5,10	0,36	0,05	<0,05	0,25	0,16	2,60	0,02	10,77	<0,1	2,50	<0,15	<0,2	<0,1	<0,1	<0,1	1,10
REFIOM S/S à pH ajusté	0,17	<0,1	<0,1	25,10	0,23	0,07	<0,05	0,17	<0,1	9,70	1,00	<0,05	<0,1	<0,5	<0,15	<0,2	<0,1	<0,1	<0,1	3,20

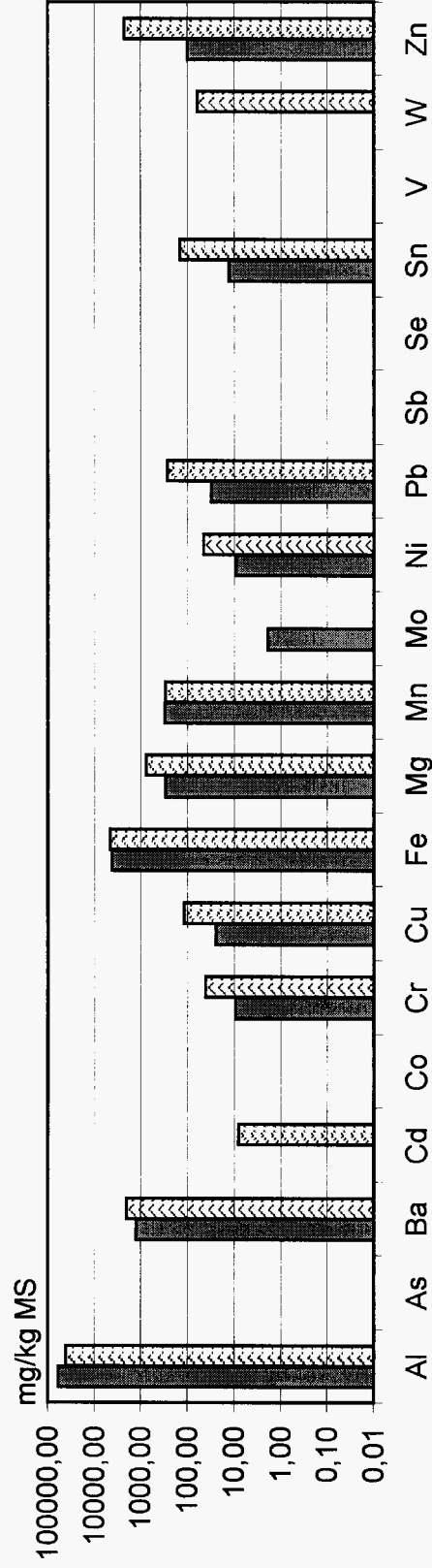
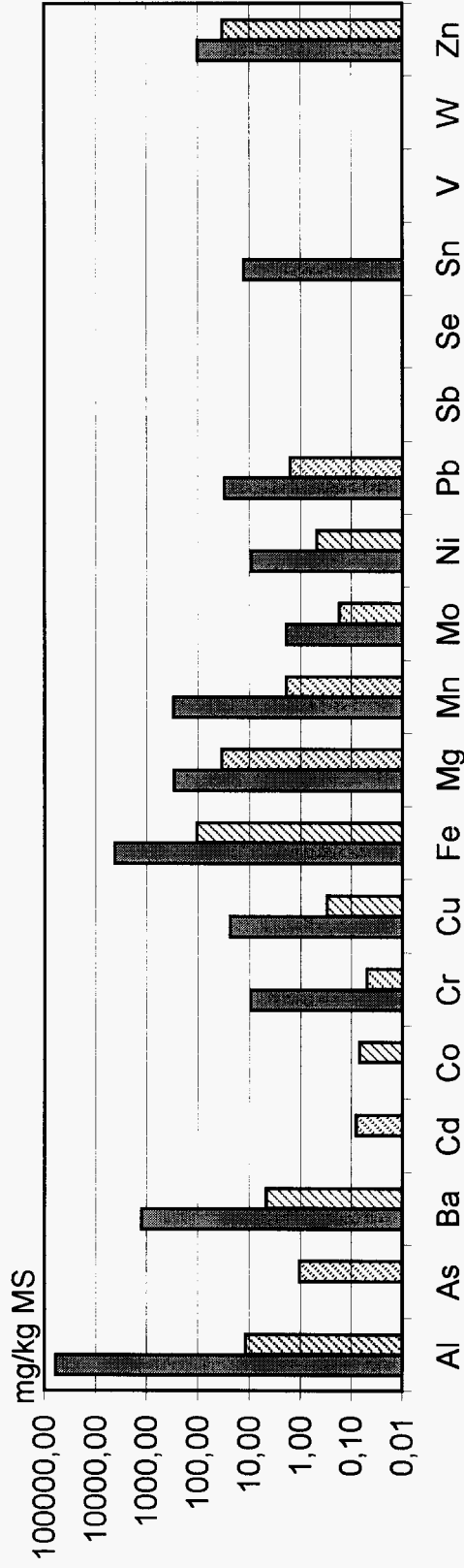
2-2 Exploitation graphique des résultats

Les graphiques des trois pages suivantes présentent pour les trois déchets F1, G et H de la phase 2 :

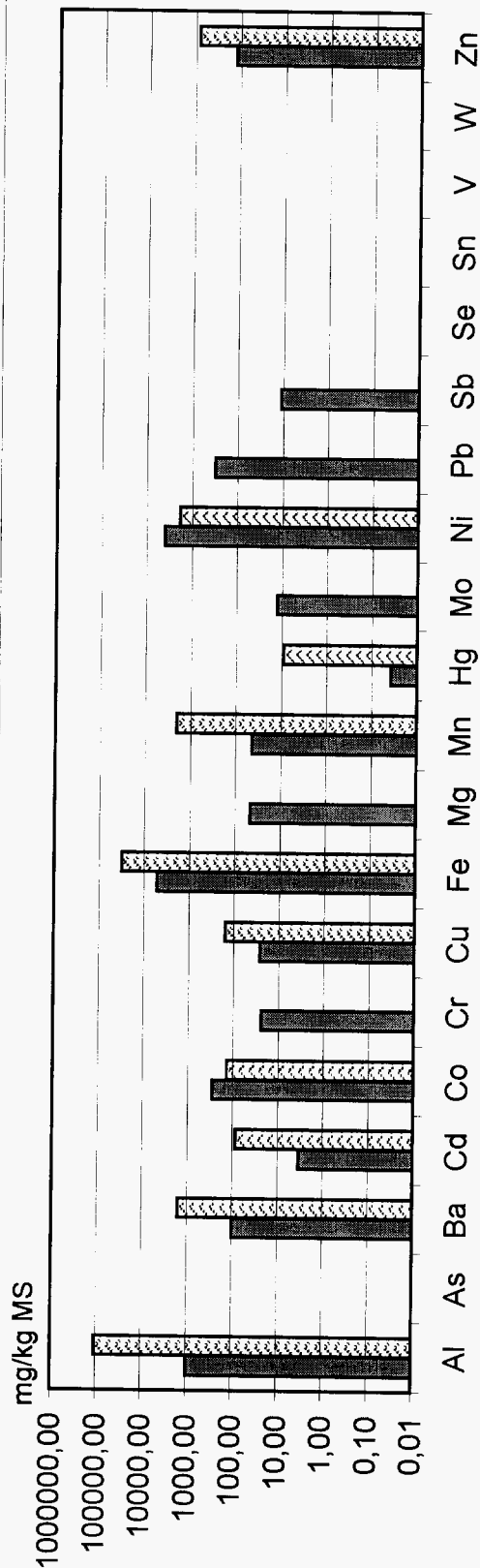
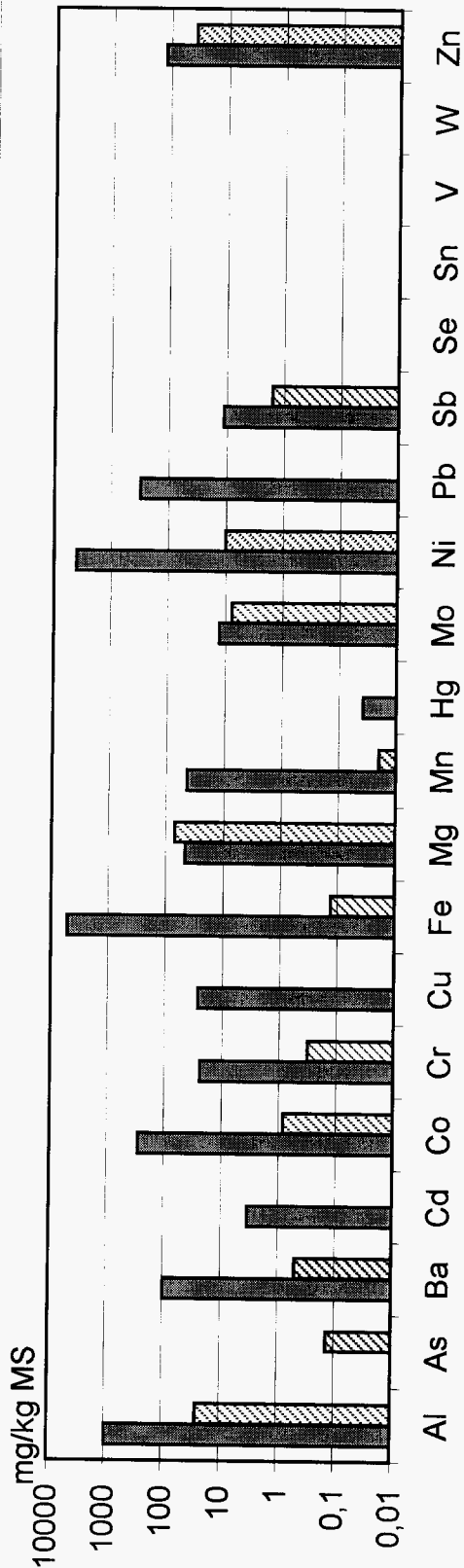
- les résultats du contenu total élémentaire et la fraction lixiviée de ce contenu total ramené à la masse sèche du déchet,
- les contenus totaux élémentaires du déchet et de sa fraction particulière (entre 0,45 et 100 microns).

Les deux pages suivantes présentent la comparaison entre les résultats sur éluats pour tous les déchets comparés aux seuils provisoires du Ministère.

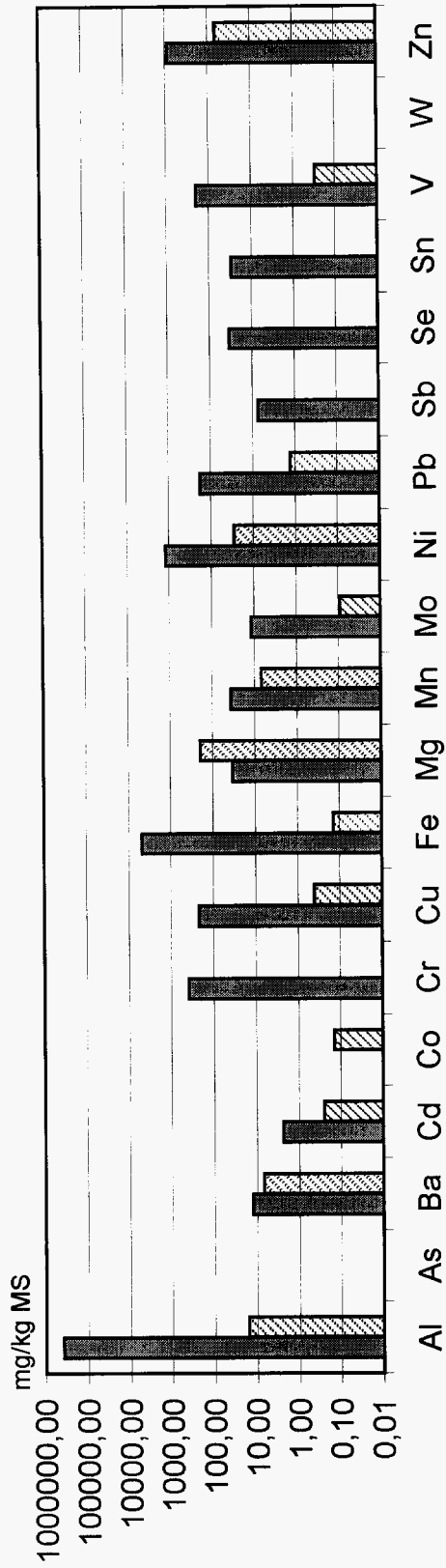
DECHET F1



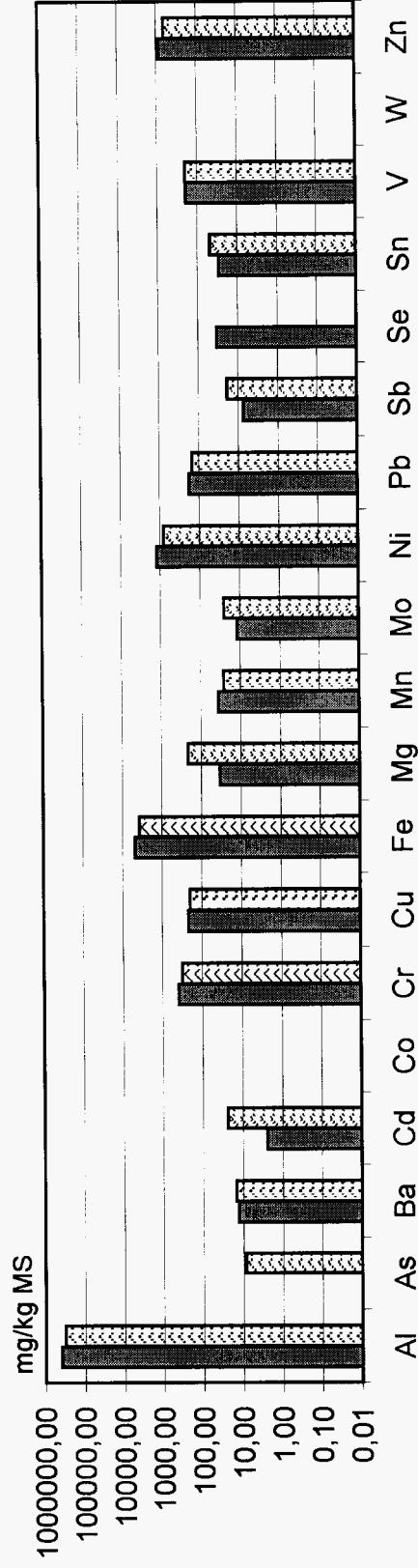
DECHET G



DECHET H



■ Contenu total ▨ Lixiviat <0,45 micron

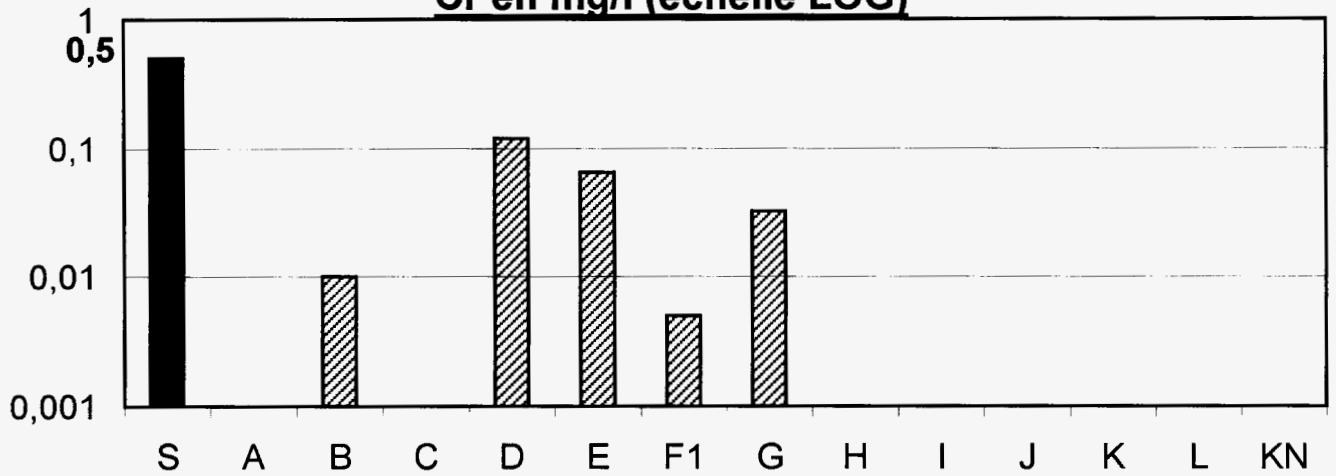


■ Contenu total ▨ Fraction 0,45-100 microns

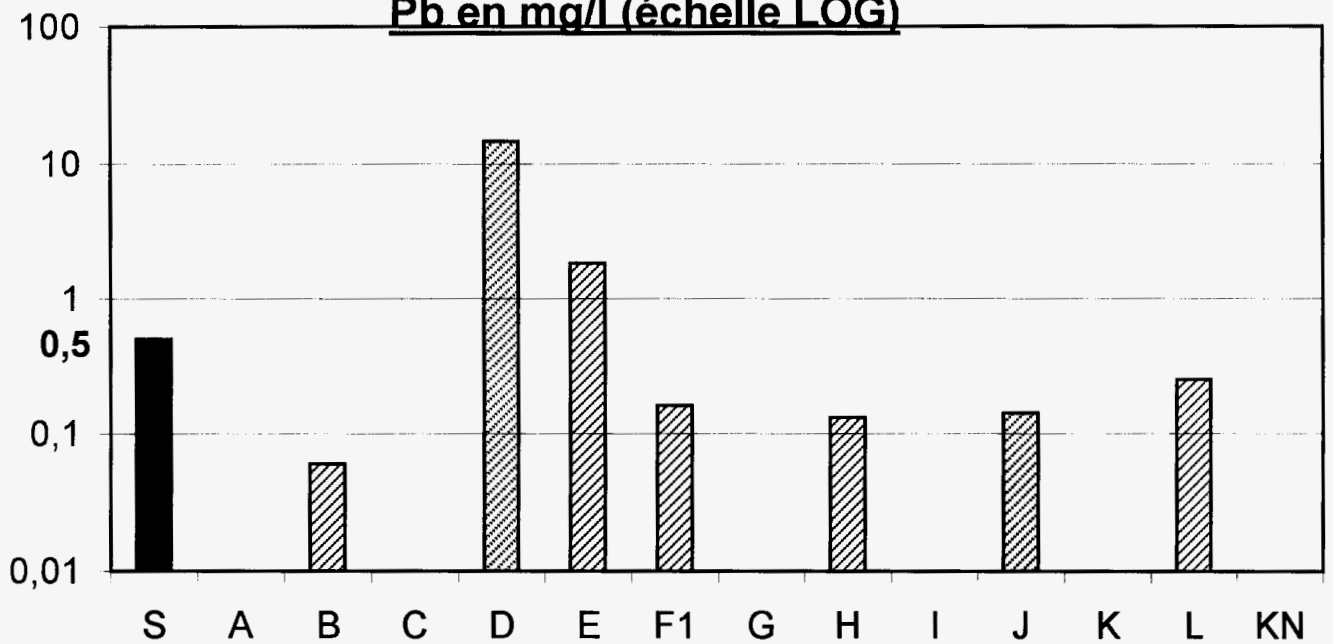
COMPOSITION DES ELUATS ET SEUILS DU MINISTERE

(Critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets - 01/98)

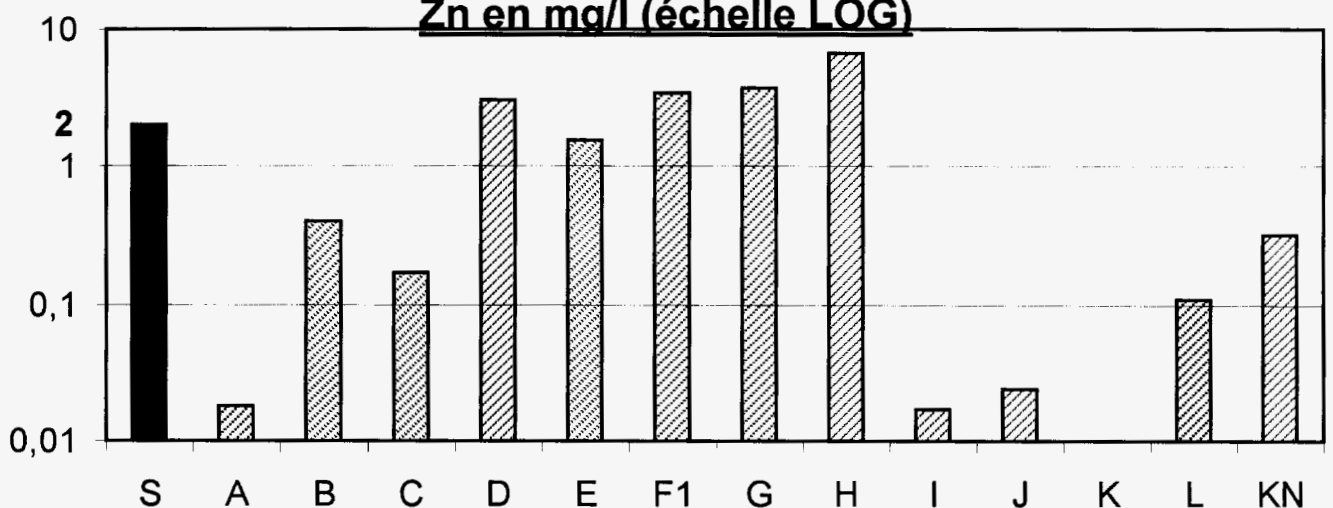
Cr en mg/l (échelle LOG)



Pb en mg/l (échelle LOG)

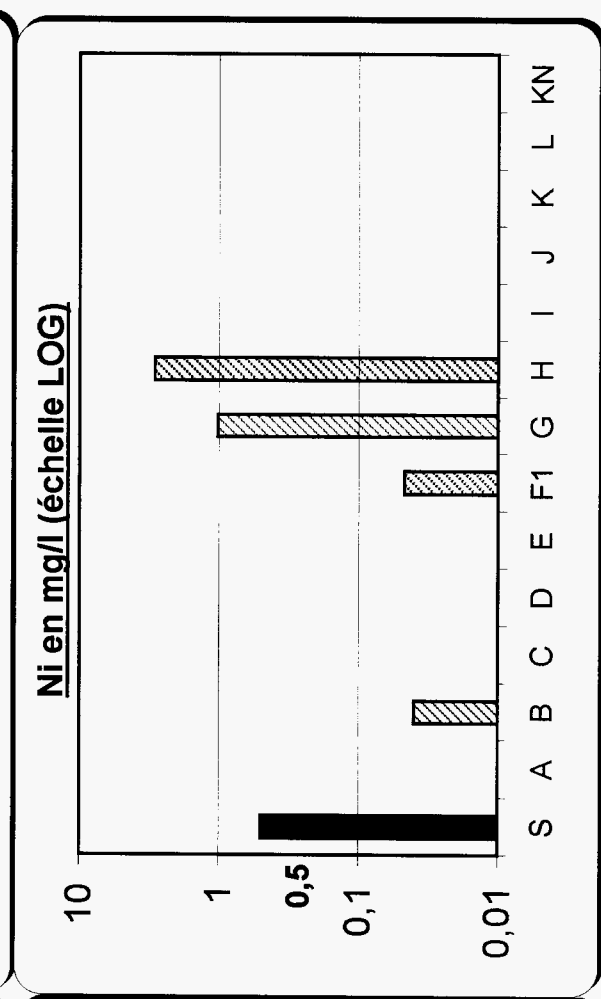
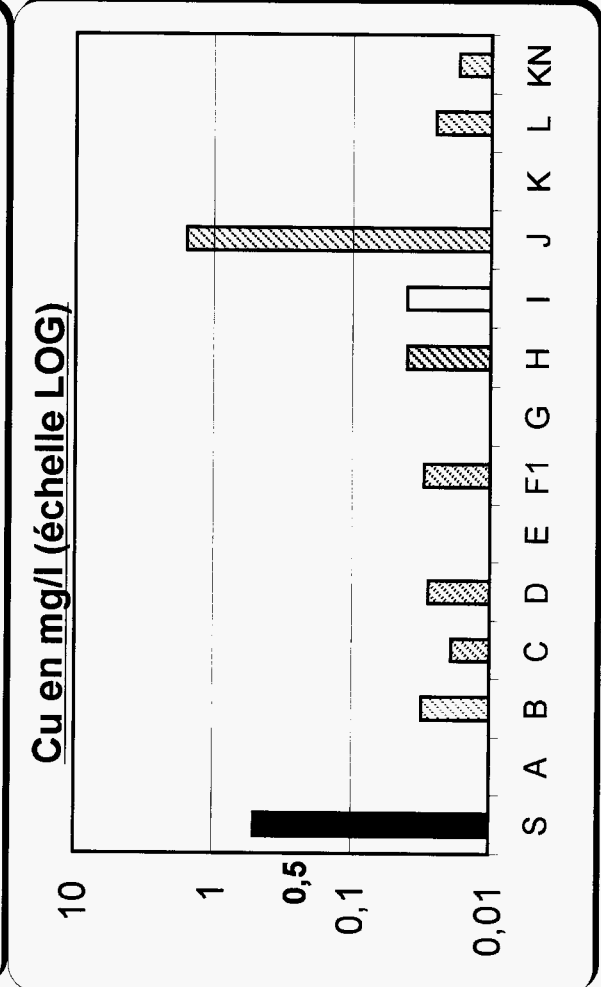
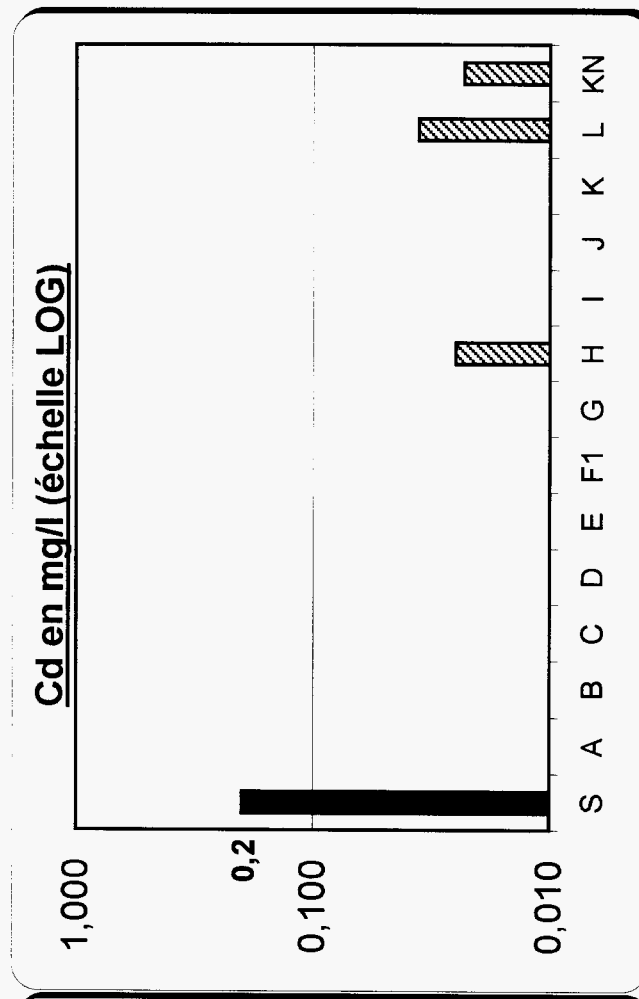
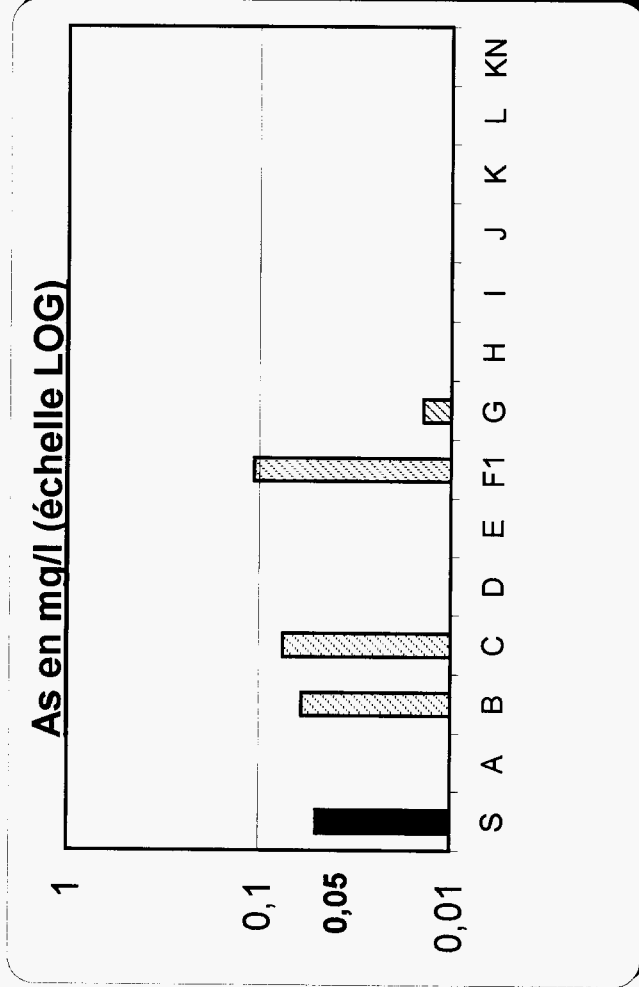


Zn en mg/l (échelle LOG)



COMPOSITION DES ELUATS ET SEUILS DU MINISTERE

(Critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets - 01/98)



2-3 Commentaires

2-3.1 Contenu total

On note dans l'ensemble des niveaux de COT relativement faibles à l'exception des cendres volantes de fuel, des boues de station d'épuration et dans une moindre mesure, du gâteau de la pharmacie-1.

Les teneurs en soufre total sont de l'ordre de 4 à 5 % pour les REF (REFIOM, REFIDI, cendres volantes de fuel, REFIOM S/S, cendres volantes d'UIOM) probablement sous la forme de sulfates. Les seules valeurs notables en chlore total sont celles des REFIOM (en l'état et stabilisés) et dans une moindre mesure de la boue industrielle. On note par ailleurs la très forte valeur pour les cendres d'UIOM (> 20 %), cohérente avec la fraction soluble (> 40 % en un seul extrait) et qui confirme le caractère très particulier de ces cendres d'UIOM communes au programme expérimental du réseau européen d'harmonisation des procédures de lixiviation/extraction et fournies par le partenaire du Danemark.

En ce qui concerne les métaux/métalloïdes, on note :

- l'arsenic présent seulement dans trois déchets : REFIDI, MIOM V et surtout cendres volantes d'UIOM,
- le cadmium surtout dans les REFIOM et encore les cendres volantes d'UIOM,
- le chrome à des teneurs entre 200 et 500 ppm sauf pour les laitiers de hauts-fourneaux, la boue valorisée, le gâteau de la pharmacie et les cendres volantes de fuel,
- la très faible teneur en mercure (maximum 0,956 mg/kg pour la boue non valorisée,
- la très forte teneur en nickel (> 4 000 ppm) dans les cendres de fuel,
- relativement faible teneur en plomb même dans les REFIOM (1 421 ppm), mais par contre très élevée dans les cendres volantes d'UIOM (> 11 g/kg !),
- une même remarque pour l'étain et le zinc (respectivement 2,4 g/kg et 46,8 g/kg).

On observe donc que les polluants "traditionnels", à savoir les métaux lourds, sont relativement bien répartis dans les déchets testés. Le déchet le plus chargé est les cendres volantes d'UIOM et les deux moins chargés sont la boue valorisée et, ce qui est le plus surprenant a priori²³, les cendres de fuel.

En ce qui concerne le contenu total des particules, la détermination est beaucoup plus délicate dans la mesure où le taux de particules est très différent d'un déchet à l'autre. Pour certains déchets (boue valorisée), la quantité recueillie sur le filtre est trop faible. Pour l'autre boue, la séparation est très difficile. Dans l'ensemble, les résultats sont assez cohérents. On note toutefois une tendance assez logique à une teneur en métaux plus élevée dans les particules sur lesquelles ils doivent être adsorbés. Cela rend d'autant plus stratégique la question du niveau de filtration des éluats pour les bio-essais.

²³ Confirmé par les bio-essais.

2-3.2 Fraction lixiviée

- Les pH sont acides pour deux déchets (gâteau de la pharmacie-1 et boue industrielle) neutre à faiblement alcalin pour trois déchets (les deux boues de station d'épuration ainsi que les cendres volantes de fuel) et nettement basiques (11,3 à 13,6) pour les sept autres.
- Seul les laitiers de hauts-fourneaux (présence logique de sulfures) et la boue non valorisée (DCO) conduisent à un faible potentiel redox.
- Seuls trois déchets présentent des fractions solubles > 10 % (REFIOM avec une valeur faible au regard des moyennes nationales, REFIDI et cendres volantes d'UIOM avec une valeur forte au regard des moyennes nationales).
- Seuls trois déchets présentent un très fort COT (les deux boues de station d'épuration et le gâteau de la pharmacie). Le plus faible (<1 mg/l) est paradoxalement le plus élevé sur brut (cendres volantes de fuel).
- Les teneurs en chlorure et en sulfates sont cohérentes avec les fractions solubles. Les deux plus fortes teneurs en sulfates lixiviables sont très nettement obtenues pour les REFIDI (probablement des sulfates de sodium plus solubles que les sulfates de calcium) et les cendres volantes d'UIOM.

RÉSULTATS DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL : PHASE 2 (3 déchets)

La deuxième phase de ce programme expérimental a été définie avec le comité de pilotage lors de la réunion intermédiaire du 7 octobre 1997 (voir compte-rendu en annexe 1). Dans le tableau 22 ci-après, nous rappelons les essais supplémentaires proposés pour la poursuite du programme (phase 2) lors de cette réunion.

Une autre possibilité consistait à refaire les bio-essais de la phase 1 sur d'autres déchets afin d'étendre le panel de déchets testés mais elle n'a pas été retenue du fait des études engagées par le Ministère de l'Environnement sur le même sujet.

Les priorités du comité de pilotage se sont finalement orientées vers :

- ➔ des tests sur éluats filtrés à 0,45 µm :
 - Microtox à pH réel et ajusté si nécessaire (tel que prévu dans la norme),
 - Daphnies 24 h,
 - Algues,
 - Cériodaphnies.

- ➔ des tests d'écotoxicité chronique sur éluats filtrés à 100 µm
 - Cériodaphnies à pH réel.

- ➔ des tests sur matrices solides
 - Vers de terre,
 - Plantes.

Compte tenu du budget de l'étude, ces bio-essais n'ont pas été réalisés sur l'ensemble des déchets de la phase 1 mais seulement sur trois d'entre eux :

- Laitiers de hauts-fourneaux (A)
- Gâteau de filtration de la pharmacie-2 (F2)²⁴
- Cendres volantes de fuel (G).

²⁴ F2 = F1 à "t + 5 mois" - voir la remarque du paragraphe 1.1 chapitre IV.

Tableau 22
Poursuites possibles de la phase 1
(propositions du comité de pilotage lors de la réunion du 7.10.97)

	Microtox	Daphnies 24 h	Algues 72 h	Cériodaphnies 7 j	Plantes	Vers de terre
Éluats filtrés à 0,45 µm	pH réel	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?		
	pH ajusté	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?		
Éluats filtrés à 100 µm	pH réel	Phase 1 ?	Phase 1 ?	Phase 2 ?		
	pH ajusté	Phase 1 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?		
Matrices solides					Phase 2 ?	Phase 2 ?

1- PRÉSENTATION DES RÉSULTATS DE LA PHASE 2

Dans les tableaux 23.1 à 26.1, nous présentons les résultats :

- du test Cériodaphnies sur éluats filtrés à 100 μm (tableau 23.1),
- des tests Daphnies et Microtox sur éluats filtrés à 0,45 μm (tableau 24.1),
- des tests Cériodaphnies et Algues sur éluats filtrés à 0,45 μm (tableau 25.1),
- des tests Plantes et Vers de terre (tableau 26.1).

Quant à l'expression des résultats en Unité Toxique et aux intervalles de confiance des valeurs données, ils sont fournis en annexe 7 (tableaux 23.2 à 26.2 : Expression des résultats en Unité Toxique / 23.3 à 26.3 : Expression des résultats et de leurs intervalles de confiance).

Tableaux 23.1 à 26.1

Présentation de l'ensemble des résultats (%) des tests d'écotoxicité de la phase 2 appliqués à trois déchets de la phase 1 : Gâteau de filtration de la pharmacie (F2), Boue industrielle (H) et Cendres volantes de fuel

Tableau 23.1 : Tests Cériodaphnies sur éluats filtrés à 100 microns - résultats exprimés en % d'éluat

Désignation	pH	CERIODAPHNIES CE20-7j (%)
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	8,22	0,05
Cendres volantes de fuel	7,86	0,37
Boue industrielle	7,24	0,13

Tableau 24.1 : Tests d'écotoxicité aiguë sur éluats filtrés à 0,45 micron - résultats exprimés en % d'éluat

Désignation	pH	DAPHNIES CE50-t (%)			MICROTOX à pH réel CI50-t' (%)			MICROTOX à pH ajusté CI50-t' (%)		
		24h	5'	15'	30'	60'	5'	15'	30'	60'
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	8,45	2,87	5,11	3,48	2,93	-	Ajustement pas nécessaire			
Cendres volantes de fuel	9,15	30,52	> 75	> 75	> 75	> 75	> 75	> 75	> 75	> 75
Boue industrielle	7,04	> 90	> 75	> 75	> 75	15,02	Ajustement pas nécessaire			

Tableau 25.1 : Tests d'écotoxicité chronique sur éluats filtrés à 0,45 micron - résultats exprimés en % d'éluat

Désignation	pH	ALGUES CE20-t (%)		CERIODAPHNIES CE20-t (%)	
		72h	7 jours	72h	7 jours
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	8,45	1,35	0,17		
Cendres volantes de fuel	9,15	1,85	1,04		
Boue industrielle	7,04	1,38	0,55		

Rappel : calcul des CE20 par le CSE de Metz à partir des résultats expérimentaux du LSEH

Tableau 26.1 : Tests d'écotoxicité sur matrices solides - résultats exprimés en % de déchet

Désignation	PLANTES-14 j		VERS DE TERRE -14 j	
	ORGE CI50 (%)	LAITUE CI50 (%)	ORGE CI50 (%)	CE50 (%)
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	4,5	2,5		2,6-3,6
Cendres volantes de fuel	46,4	38,4		11,4
Boue industrielle	17,9	9,4		10,8

2- EXPLOITATION DES RÉSULTATS DE LA PHASE 2

Nous proposons ici une exploitation des résultats au cours de laquelle nous évoquerons l'influence du paramètre "filtration" (éluats filtrés à 100 ou 0,45 µm). Ces essais portant sur un nombre d'échantillons restreint (3 déchets), des analyses comparatives, telles que celles menées dans le chapitre précédent, ne sont pas envisageables.

A ce titre, nous rappelons que les conclusions données ici concernent uniquement les trois déchets de la phase 2. Pour une analyse comparative plus poussée, il serait nécessaire de réaliser ces essais sur d'autres déchets.

Dans cette partie nous étudierons :

- la toxicité des déchets étudiés vis-à-vis des seuils H14 provisoires et des tests Daphnies, Microtox, Algues et Cériodaphnies réalisés sur des éluats filtrés à 0,45 et 100 µm,
- l'influence du paramètre "filtration",
- la toxicité des déchets vis-à-vis des bio-essais sur matrices solides et du seuil H14 provisoire.

2-1 Toxicité des déchets étudiés vis-à-vis des seuils H14 provisoires et des tests Daphnies, Microtox, Algues et Cériodaphnies réalisés sur éluats filtrés à 0,45 et 100 µm

Toxicité vis-à-vis du test Daphnies 24 h

La figure 10 montre que dans le cas du test Daphnies, le niveau de filtration (0,45 et 100 µm) n'a pas d'influence sur la toxicité des déchets F2/G/H vis-à-vis du seuil provisoire de la procédure H14 du Ministère : $CE50 - 48 h^{25} \leq 10\%$ d'éluat.

En effet, que les éluats soient filtrés à 0,45 ou 100 µm :

- les réponses écotoxiques du gâteau de filtration de la pharmacie (F2) sont "clairement"²⁶ inférieures au seuil H14 provisoire,
- les réponses écotoxiques des cendres volantes de fuel (G) et de la boue industrielle (H) sont "clairement" au-dessus du seuil H14 provisoire.

²⁵ Nous rappelons que lorsque ces essais ont été réalisés, le paramètre fixé pour le Test Daphnies était une CE50 - 24h et non pas 48 h. Bien que ces essais aient été effectués avec un temps d'exposition de 24 h, nous comparons tout de même les résultats au seuil provisoire qui est égal à 10 % d'éluat.

²⁶ Par "clairement" on entend que la valeur moyenne, ainsi que les bornes inférieure et supérieure de son intervalle de confiance suivent la même tendance (au-dessus ou au-dessous du seuil).

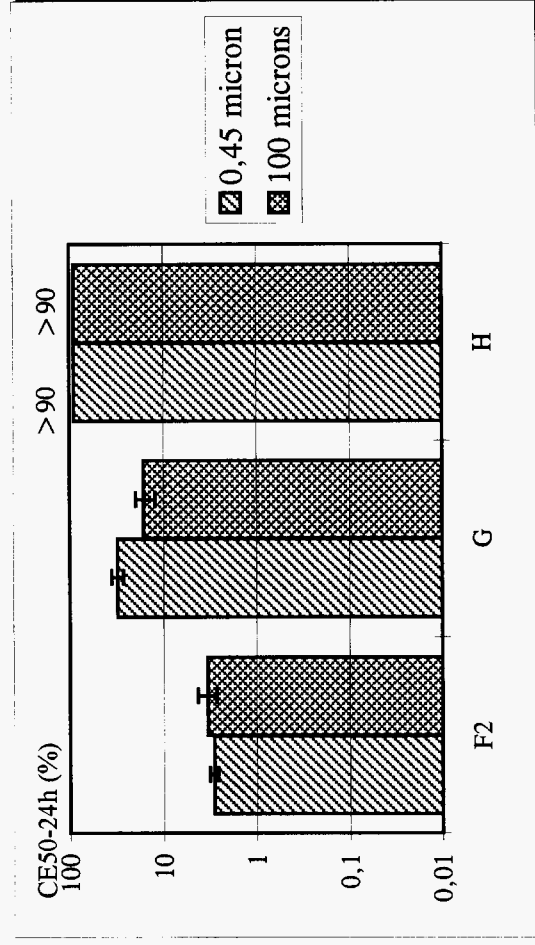
En résumé :

TEST DAPHNIES 24 H		
	Éluat filtré à 0,45 µm	Éluat filtré à 100 µm
F2 : Gâteau de filtration de la pharmacie	" Toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14	" Toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14
G : Cendres volantes de fuel	" Non toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14	" Non toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14
H : Boue industrielle	" Non toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14	" Non toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14

Figures 10, 11 et 12

Influence de la filtration des éluats (0,45 et 100 microns) sur les réponses écotoxiques aux tests d'écotoxicité aiguë de la procédure H14 du Ministère appliqués aux trois déchets de la phase 2 : gâteau de filtration de la pharmacie (F2), cendres volantes de fuel (G) et boue industrielle (H)

Figure 10 : Daphnies 24h



Gât. de filtration de la pharmacie -2 : F2

Cendres volantes de fuel : G

Boue industrielle : H

Figure 11 : Microtox 30' à pH réel

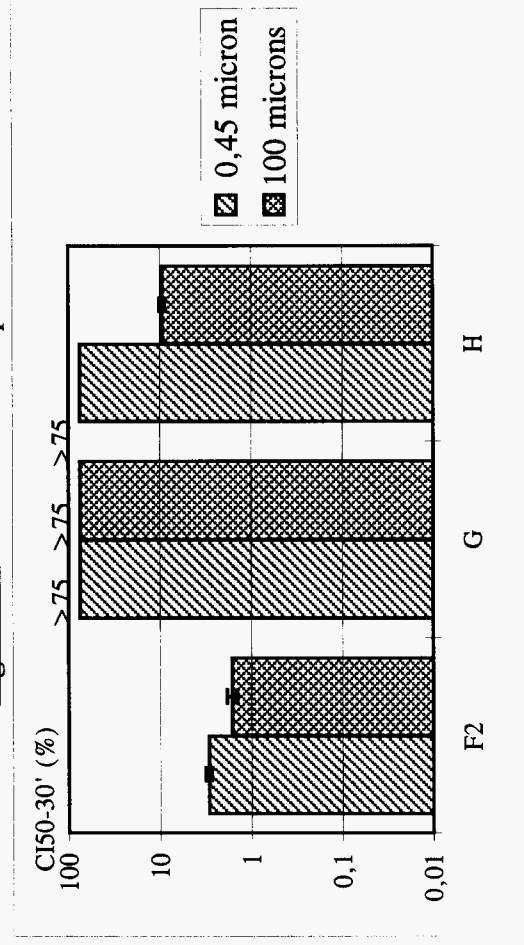
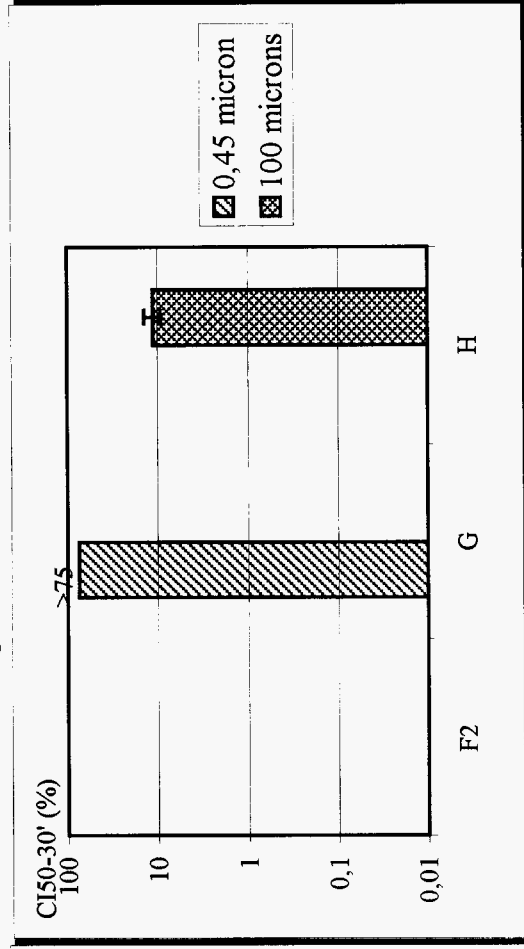


Figure 12 : Microtox pH ajusté



Toxicité vis-à-vis du test Microtox réalisé à pH réel et ajusté

Les figures 11 et 12 montrent que :

- Pour le gâteau de filtration de la pharmacie (F2), un second essai Microtox à pH ajusté n'a pas été nécessaire (pH de l'éluat brut compris entre 5,5 et 8,5). Par ailleurs, ce déchet serait classé "toxique" vis-à-vis du seuil H14 provisoire quel que soit le niveau de filtration de son éluat (0,45 ou 100 µm).
- Pour les cendres volantes de fuel (G), un second essai Microtox à pH ajusté a été nécessaire dans le cas de l'éluat filtré à 0,45 µm (pH de l'éluat filtré à 0,45 µm = 9,15 / pH de l'éluat filtré à 100 µm = 7,76)²⁷. Par ailleurs, ce déchet serait classé "non toxique" vis-à-vis du test Microtox réalisé à pH réel et à pH ajusté quel que soit le niveau de filtration de l'éluat (0,45 ou 100 µm).
- Pour la boue industrielle (H), un second essai Microtox à pH ajusté a été nécessaire dans le cas de l'éluat filtré à 100 µm (pH de l'éluat filtré à 0,45 µm = 7,04 / pH de l'éluat filtré à 100 µm = 5,22)²⁸. Par ailleurs, comme il a été vu au paragraphe 1.2.5 du chapitre précédent, des essais supplémentaires seraient nécessaires pour déterminer la toxicité de ce déchet vis-à-vis du test Microtox réalisé sur éluat filtré à 100 µm (8,77 < CI50 < 10,05 à pH réel / 9,22 < CI50 < 13,83 à pH ajusté). Par contre, ce déchet serait clairement classé "non toxique" vis-à-vis du test Microtox réalisé sur éluat filtré à 0,45 µm.

En résumé :

	Microtox réalisé à pH réel		Microtox réalisé à pH ajusté	
	Éluat filtré à 0,45 µm	Éluat filtré à 100 µm	Éluat filtré à 0,45 µm	Éluat filtré à 100 µm
F2 : Gâteau de filtration de la pharmacie	"Toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14	"Toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14	<i>ajustement du pH pas nécessaire</i>	<i>ajustement du pH pas nécessaire</i>
G : Cendres volantes de fuel	"Non toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14	"Non toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14	"Non toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14	<i>ajustement du pH pas nécessaire</i>
H : Boue industrielle	"Non toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14	nd	<i>ajustement du pH pas nécessaire</i>	nd

nd : la toxicité n'a pas pu être située précisément vis-à-vis du seuil H14 provisoire (borne inférieure et borne supérieure de l'intervalle de confiance de la CI50 moyenne de part et d'autre du seuil).

²⁷ Attention, cinq mois sépare la lixiviation/filtration à 100 µm (phase 1) de la lixiviation/filtration à 0,45 µm (phase 2).

Toxicité vis-à-vis du test Algues

La figure 13 montre :

- les réponses écotoxiques du gâteau de filtration de la pharmacie (F1 à 100 μm / F2 à 0,45 μm)²⁸ et des cendres volantes de fuel (G) sont supérieures au seuil H14 provisoire quel que soit le niveau de filtration de l'éluat (0,45 ou 100 μm).
- les réponses écotoxiques de la boue industrielle vis-à-vis du test Algues diffèrent nettement selon le niveau de filtration de l'éluat :

CE20 (éluat 0,45 μm) = 1,38 % d'éluat,
CE20 (éluat 100 μm) = 0,013 % d'éluat.

Nous pouvons noter que la filtration de l'éluat à 0,45 μm diminue la toxicité de l'échantillon d'un facteur 100. Par ailleurs, ce déchet serait classé "non toxique" dans le cas de l'éluat filtré à 0,45 μm et "toxique" dans le cas de l'éluat filtré à 100 μm .

En résumé :

	TEST ALGUES	
	Éluat filtré à 0,45 μm	Éluat filtré à 100 μm
F2 : Gâteau de filtration de la pharmacie	"Non toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14	"Non toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14
G : Cendres volantes de fuel	"Non toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14	"Non toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14
H : Boue industrielle	"Non toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14	"Toxique" vis-à-vis du seuil provisoire H14

Toxicité vis-à-vis du test Cériodaphnies

La figure 14 montre que :

- les réponses écotoxiques des cendres volantes de fuel (G) sont supérieures au seuil H14 provisoire quel que soit le niveau de filtration de l'éluat (0,45 ou 100 μm),
- des essais supplémentaires seraient nécessaires pour le gâteau de filtration de la pharmacie (F2) et la boue industrielle (H) dans le cas des éluats filtrés à 100 μm ,
- la réponse écotoxique de la boue industrielle (H) vis-à-vis du test Algues réalisé sur éluat filtré à 0,45 μm est supérieure au seuil H14 provisoire,
- la réponse écotoxique du gâteau de filtration de la pharmacie (F2) vis-à-vis du test Algues réalisé sur éluat filtré à 0,45 μm est : $0,10 \leq \text{CE20} < 0,24$ %. Autrement dit, la borne inférieure de l'intervalle de confiance est égale au seuil H14 provisoire.

²⁸ Gâteau de filtration de la pharmacie : les essais Daphnies et Microtox sur éluats 100 μm ont été faits sur F1 et F2. Par contre, le test Algues sur éluats 100 μm n'a pas été refait lors de la phase 2. Nous ne disposons donc que des résultats portant sur F1.

Figures 13 et 14 :

Influence de la filtration des éluats (0,45 et 100 microns) sur les réponses écotoxiques des tests d'écotoxicité chronique de la procédure H14 du Ministère appliqués aux trois déchets de la phase 2 : gâteau de filtration de la pharmacie (F2), cendres volantes de fuel (G) et boue industrielle (H)

Figure 13 : Tests sur Algues 72h

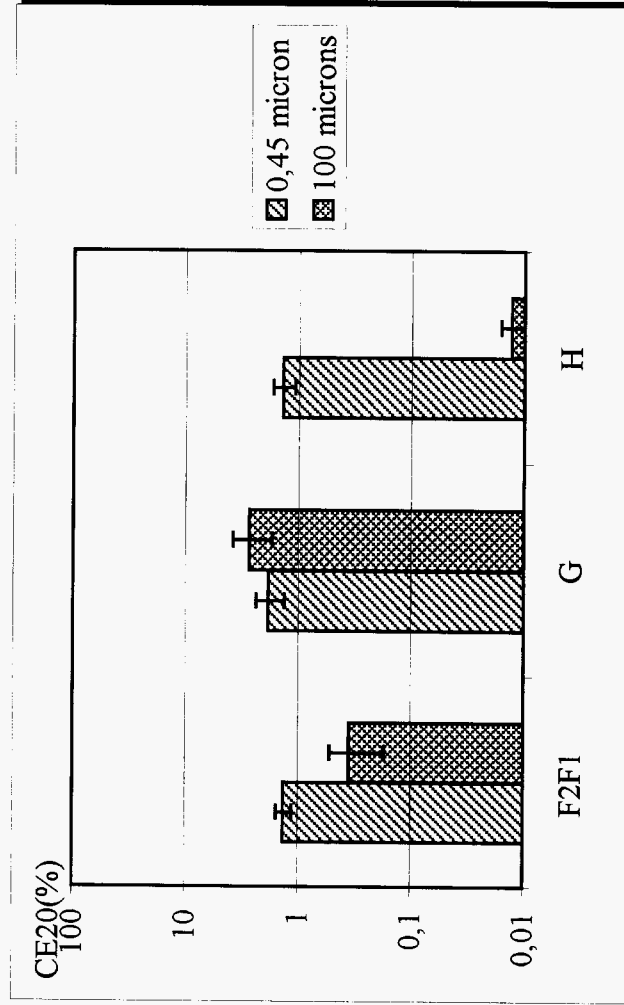
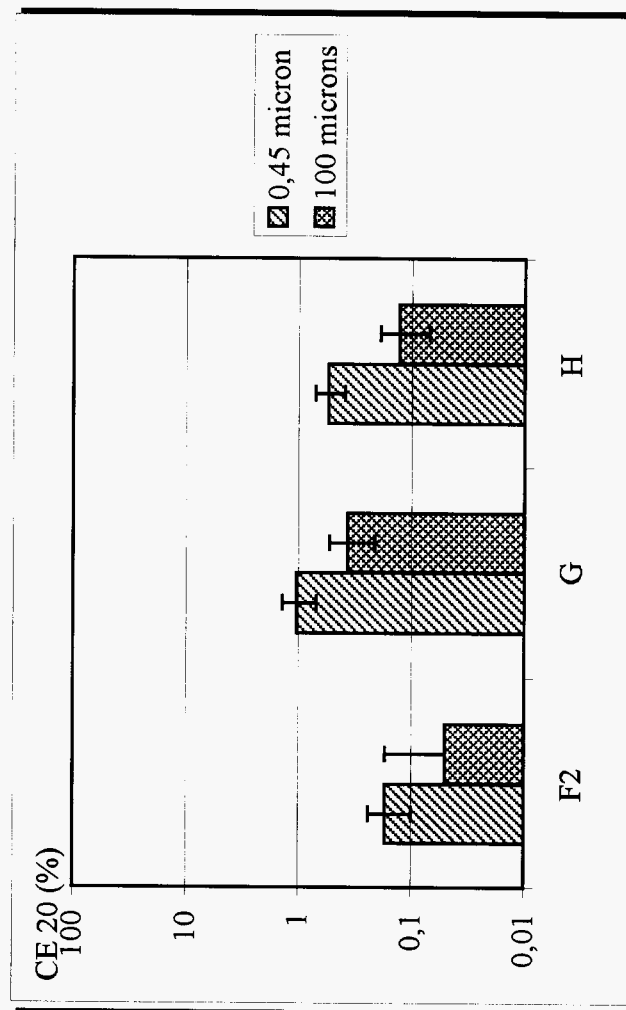


Figure 14 : Tests sur Cériodaphnies 7j



En résumé :

	TEST CÉRIODAPHNIES	
	Éluat filtré à 0,45 µm	Éluat filtré à 100 µm
F2 : Gâteau de filtration de la pharmacie	" Toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14 ($0,10 \leq CE_{20} < 0,24$)	nd
G : Cendres volantes de fuel	" Non toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14	" Non toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14
H : Boue industrielle	" Non toxique " vis-à-vis du seuil provisoire H14	nd

nd : la toxicité n'a pas pu être située précisément vis-à-vis du seuil H14 provisoire (borne inférieure et borne supérieure de l'intervalle de confiance de la CE₂₀ moyenne de part et d'autre du seuil).

Remarque

Dans le cas de la boue industrielle, la toxicité vis-à-vis du seuil H14 n'a pas pu être clairement déterminée sur l'éluat filtré à 100 µm. Cependant, étant donné que l'éluat filtré à 0,45 µm s'est révélé être non toxique, nous pouvons supposer qu'à 100 µm il ne le serait pas non plus.

Conclusion

Le tableau 27, page suivante montre que le niveau de filtration de l'éluat a une influence sur le classement d'un déchet vis-à-vis du seuil H14 provisoire uniquement dans le cas du test Algues appliqué à la boue industrielle.

2-2 Influence du paramètre filtration sur les réponses écotoxiques

L'influence de ce paramètre a été préalablement discutée vis-à-vis des seuils H14 provisoires. Dans ce paragraphe, nous présentons une comparaison des valeurs de CE ou CI obtenues à 0,45 et 100 µm (tableau 28).

Afin d'observer les grandes tendances du tableau 28, nous proposons ci-dessous

les valeurs des ratios = $\frac{\text{CE ou CI sur éluat } 0,45 \text{ } \mu\text{m}}{\text{CE ou CI sur éluat } 100 \text{ } \mu\text{m}}$;

	Daphnies 24 h	Microtox (pH réel)	Algues	Cériodaphnies
F2* : Gâteau de filtration de la pharmacie	0,85	1,80	3,86	3,4
G : Cendres volantes de fuel	1,89	1	0,68	2,81
H : Boue industrielle	1	8	106	4,23

F1 dans le cas du test Algues réalisé sur éluat filtré à 100 µm.

Tableau 27

Tableau de synthèse sur l'évaluation de la toxicité des déchets F2, G, H vis-à-vis du seuil provisoire H14 et des tests Daphnies, Microtox, Algues et Cériodaphnies sur éluats filtrés à 0,45 et 100 µm

	Test Daphnie		Test Microtox				Test Algues		Test Cériodaphnies	
	0,45 µm	100 µm	pH réel		pH ajusté		0,45 µm	100 µm	0,45 µm	100 µm
			0,45 µm	100 µm	0,45 µm	100 µm				
F2 : gâteau de filtration* de la pharmacie	T	T	T	T	pas nécessaire	pas nécessaire	NT	NT	T	nd
G : Cendres volantes de fuel	NT	NT	NT	NT	NT	pas nécessaire	pas nécessaire	NT	NT	NT
H : Boue industrielle	NT	NT	NT	nd**	pas nécessaire	nd	NT	T	NT	nd**

* : F1 dans le cas du test Algues sur lixiviat filtré à 100 µm

** : Voir remarque de la page précédente

T : Toxique vis-à-vis du test concerné et du seuil H14 provisoire

NT : Non Toxique vis-à-vis du test concerné et du seuil H14 provisoire

nd : la toxicité n'a pas pu être évaluée car la borne inférieure et borne supérieure de la CE (ou CI) moyenne sont de part et d'autre du seuil H14 provisoire

Pas nécessaire : ajustement du pH pas nécessaire car le pH de l'éluat est compris dans la fourchette (5,5-8,5).

Tableau 28

Comparaison des réponses écotoxiques obtenues sur éluats filtrés à 0,45 et 100 µm (CE ou CI exprimées en pourcentage d'éluat)

	Test Daphnies		Test Microtox				Test Algues		Test Cériodaphnies	
	CE50 (%)		CI50-30' (%)		CE20-30' (%)		CE20 (%)			
	0,45 µm	100 µm	pH réel	pH ajusté	0,45 µm	100 µm	0,45 µm	100 µm		
F2 : gâteau de filtration* de la pharmacie	2,87	3,36	2,93		1,63	pas nécessaire	1,35	0,17	0,05	
G : Cendres volantes de fuel	30,52	16,13	> 75		> 75	> 75	1,85	1,04	0,37	
H : Boue industrielle	> 90	> 90	> 75	pas nécessaire	9,39	pas nécessaire	1,38	0,55	0,13	

* : F1 dans le cas du test Algues sur lixiviat filtré à 100 µm

Pas nécessaire : un second essai à pH ajusté n'a pas été nécessaire

Valeur en caractère gras : valeur inférieure aux seuils H14 provisoires

Nous pouvons noter que dans 2 cas sur 12, la toxicité de l'échantillon testé augmente (ratio < 1) avec une filtration de l'éluat à 0,45 µm. Dans le cas de la boue industrielle, l'influence du paramètre "filtration" est très nette : une filtration de l'éluat à 0,45 µm diminue sa toxicité d'un facteur 8 pour le test Microtox à pH réel et d'un facteur 100 pour le test Algues.

2-3 Toxicité des déchets vis-à-vis des bio-essais sur matrices solides et du seuil H14 provisoire

Toxicité vis-à-vis du test plantes

La figure 15 montre que :

- les réponses écotoxiques du gâteau de filtration de la pharmacie (F2) sont inférieures au seuil H14 provisoire,
- les réponses écotoxiques des cendres volantes de fuel (G) sont supérieures au seuil H14 provisoire,
- les réponses écotoxiques obtenues dans le cas de la boue industrielle (H) ne permettent pas d'évaluer sa toxicité vis-à-vis du seuil H14 provisoire :
8,7 < CI50 (laitue) < 10,6 %.

En résumé, vis-à-vis du test Plantes et du seuil H14 provisoire (CI50 ≤ 10 %) :

- le gâteau de filtration de la pharmacie **serait classé "toxique"**,
- les cendres volantes de fuel **seraient classées "non toxique"**,
- l'évaluation de la toxicité de la boue industrielle **nécessiterait des essais supplémentaires**.

Toxicité vis-à-vis du test Vers de terre

La figure 16 montre que :

- la réponse écotoxique du gâteau de filtration de la pharmacie (F2) est inférieure au seuil H14 provisoire,
- les réponses écotoxiques des cendres volantes de fuel (G) et de la boue industrielle (H) sont très largement supérieures au seuil H14 provisoire.

Figures 15 et 16 :

Réponses écotoxiques aux tests sur matrices solides de la procédure H14 du Ministère appliqués aux trois déchets de la phase 2 : gâteau de filtration de la pharmacie (F2), cendres volantes de fuel (G) et boue industrielle (H)

Figure 15 : Test sur plantes

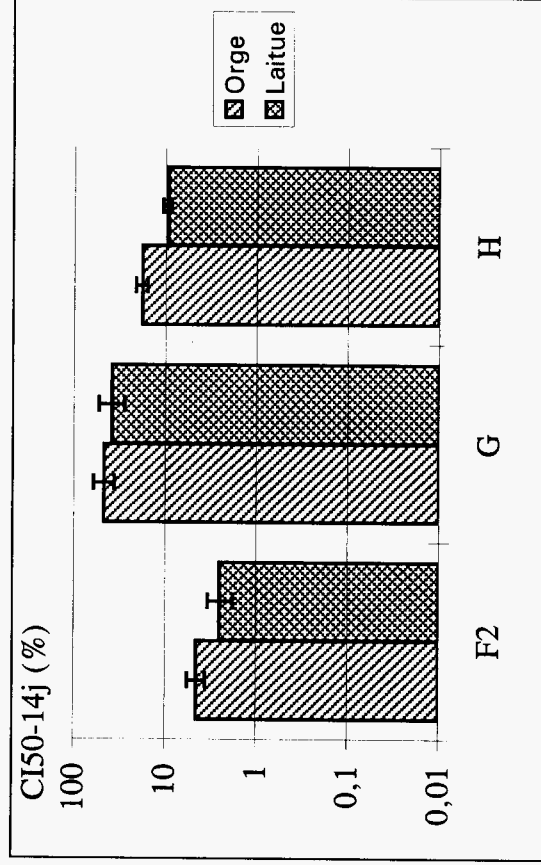
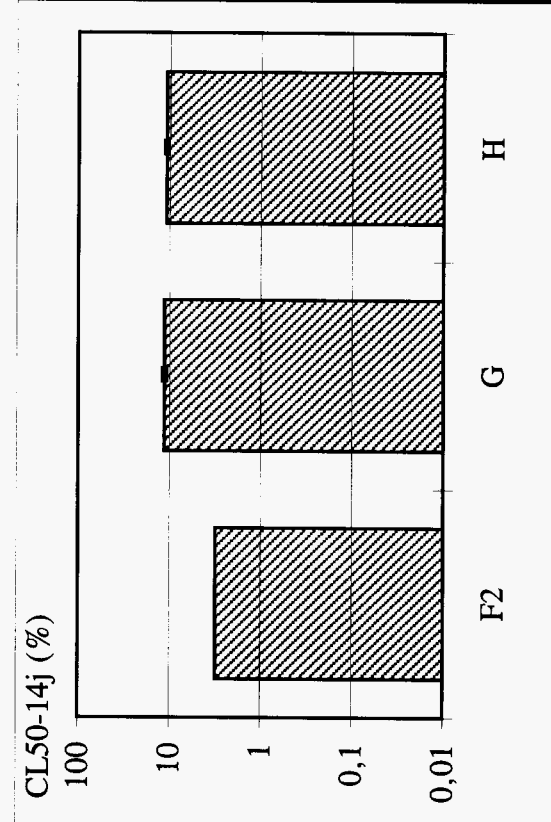


Figure 16 : Test sur vers de terre

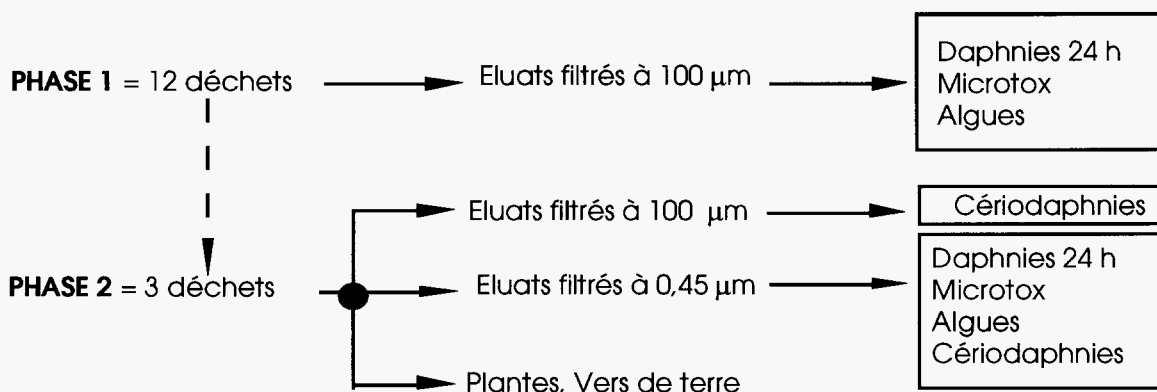


En résumé, vis-à-vis du test Vers de terre et du seuil H14 provisoire :

- le gâteau de filtration de la pharmacie **serait classé "toxique"**,
- les cendres volantes de fuel et la boue industrielle **seraient classées "non toxique"**.

CONCLUSION DU PROGRAMME EXPERIMENTAL

1- RAPPEL DES BIO-ESSAIS REALISES DANS LE CADRE DU PROGRAMME H14 DE RECORD



2- PRINCIPAUX RESULTATS SYNTHETIQUES DU PROGRAMME H14 DE RECORD

La **première phase** de ce programme nous a permis de classer les bio-essais :

- selon leur sensibilité relative : Daphnies \leq Microtox à pH ajusté < Microtox à pH réel \ll Algues ;
- selon leur caractère discriminant : Daphnies \approx Microtox à pH ajusté < Microtox à pH réel \approx Algues.

Concernant la complémentarité des tests aigus de la procédure H14 du Ministère (Daphnies et Microtox), nous avons montré que celle-ci est meilleure, dans le cadre de cette étude, lorsque le test Microtox est réalisé à pH réel.

La **deuxième phase** du programme expérimental nous a permis de constater que les particules inférieures à 100 μm n'ont eu une influence notable que sur un des trois déchets testés : la boue industrielle.

De plus, l'ensemble de la procédure H14 a été appliquée sur les trois déchets sélectionnés par le comité de pilotage (éluats filtrés à 100 μm et 0,45 μm et matrices solides) (voir tableau de résultats page suivante).

	Seuils H14 provisoires	Gâteau de filtration de la pharmacie -F2-		Cendres volantes de fuel -G-		Boue industrielle -H-	
		100 µm	0,45 µm	100 µm	0,45 µm	100 µm	0,45 µm
Microtox pH réel CI50-30' (%)	CI50-30' ≤ 10 %	1,63	2,93	> 75	> 75	essai supplémentaire nécessaire	> 75
Daphnies CE50 24 h (%)	CE50 48 h ≤ 10 %	3,36	2,87	16,13	30,52	> 90	> 90
Algues CE20 72 h (%)	CE20 72 h ≤ 0,1 %	-F1- 0,35	1,35	2,74	1,85	0,013	1,38
Cériodaphnies CE20 7j (%)	CE20 7j ≤ 0,1 %	essai supplémentaire nécessaire	0,17	0,37	1,04	essai supplémentaire nécessaire	0,55
Plantes CI50 14 j (%)	CI50 14j ≤ 10 %						
Orge		4,5		46,4		17,9	
Laitue		2,5		38,4		essai supplémentaire nécessaire	
Vers de terre CL50 14 j (%)	CL50 14j ≤ 10 %	26,36		11,4		10,8	

Essai supplémentaire nécessaire : les bornes inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance de la CE moyenne sont de part et d'autre du seuil H14 provisoire.
Les valeurs inférieures aux seuils H14 sont indiquées en caractère gras.

Ces résultats montrent que **les cendres volantes de fuel seraient classées "non dangereuses pour l'environnement"** vis-à-vis de la procédure H14 du Ministère (version de janvier 1998). De plus au regard des résultats de la phase 1, c'est le seul déchet pour lequel on peut conclure à la non dangerosité. Toutefois, il y a deux autres déchets pour lesquels on ne peut pas non plus conclure à la dangerosité (intervalle de confiance de part et d'autre du seuil) ; il s'agit du laitier de hauts-fourneaux et du REFIOM S/S.

A contrario, **le gâteau de filtration de la pharmacie -2 et la boue industrielle seraient classés "dangereux pour l'environnement"** vis-à-vis des seuils provisoires.

Remarque

Le fait de réaliser le test Microtox à pH ajusté ne modifie pas cette conclusion.

3- DISCUSSIONS, RECOMMANDATIONS ET APPROFONDISSEMENT POSSIBLES

3-1 Conservation des déchets

L'évolution du gâteau de filtration de la pharmacie entre la phase 1 et la phase 2 du programme (5 mois) soulève le problème de la conservation des déchets :

- dans le cas de l'application de la procédure H14 en plusieurs étapes pour une question de coût (une réponse positive à au moins un bio-essai suffit pour classer le déchet comme dangereux vis-à-vis de H14) ;
- dans l'éventualité d'une contre-expertise.

Nous suggérons l'utilisation d'un test traceur permettant d'évaluer l'évolution du déchet. Il pourrait s'agir d'un test, rapide et peu cher, tel que le Microtox.

3-2 Conservation des éluats

Certains essais se déroulant sur plusieurs jours (essais préliminaire et définitif), nous pouvons nous interroger sur l'éventuelle évolution des éluats durant ces essais. De telles évolutions ont d'ailleurs été constatées dans le cadre du programme Ecocompatibilité des déchets de l'ADEME.

Solutions :

- veiller à ce que le sous-échantillonnage des déchets soit correct (constitution de lots homogènes en vue des lixiviations),
- faire de nouvelles lixiviations au cours des essais pour utiliser des éluats "frais",
- il est probable que les éluats filtrés à 100 µm s'altèrent plus que ceux à 0,45 (poursuite de la dissolution, décantation, adsorption des polluants sur les colloïdes...).

3-3 Filtration et neutralisation des éluats

Dans le cadre de ce programme :

- les filtrations ont été réalisées sur l'éluat brut avant les ajustements de pH (Microtox). Après ajustement du pH, nous n'avons pas fait de nouvelles filtrations ;
- les ajustements de pH ont été faits sur l'éluat brut filtré avant dilution en série.

Le choix fait ici correspond à la logique selon laquelle la lixiviation naturelle peut entraîner des particules du massif de déchets et qu'elles doivent être prises en compte dans la détermination du potentiel intrinsèque de danger. Par conséquent, même dans le cas d'ajustement de pH (notamment dans le cas du Microtox) qui quant à lui peut être justifié par l'effet tampon du milieu environnant, les éventuelles particules consécutives à une précipitation des métaux, sont conservées dans l'éluat.

Dans la logique de ce programme nous avons considéré que la rétention des particules par le milieu ainsi que la neutralisation étaient des effets possibles du scénario de devenir du déchet (stockage, valorisation) dont la définition (technique et réglementaire) dépend justement de la connaissance que l'on peut avoir du danger intrinsèque, c'est-à-dire du danger "si l'on ne prenait pas de précaution". Une telle logique qui relève du principe de précaution doit forcément être accompagnée d'évaluations de comportement en fonction des conditions du scénario.

3-4 Test de lixiviation

La logique européenne de H14 nous a amené à préconiser à la DGXI ainsi qu'à l'Association RE.CO.R.D. le recours au test développé par le CENTC 292 WG2 (100 g d'équivalent sec - LS10 - 24 h). Le retard pris dans l'adoption de ce test a conduit le Ministère à s'en référer à la norme expérimentale XP X30-417, elle-même renvoyant à la norme expérimentale XP X31-210 (100 g de brut - LS10 - 24 h).

Dans la mesure où c'est directement l'éluat en l'état qui est jugé (par analyse en mg/l ou dans les bio-essais) les déchets humides sont en quelque sorte dilués dans leur propre eau. Ainsi, une boue à 50 % d'eau ne sera lixiviée qu'à hauteur de 50 g de matière sèche pour 1 litre. Comme il est très probable que l'équilibre (ou la saturation) ne soit pas atteint(e), l'X31-210 introduit donc une injustice entre les déchets secs et les déchets humides. Nous préconisons donc à nouveau le recours au tests européen même à l'état de projet.

Certains experts réfléchissent à l'opportunité de produire l'éluat à tester par percolation. Le principal avantage en serait le suivant :

Possibilité d'obtenir un éluat à l'équilibre (faible débit / faible ratio L/S) sans problème de séparation (d'une part la percolation ne conduit pas à la dispersion du déchet dans le lixiviant et d'autre part une première filtration est intégrée à la colonne).

L'éluat serait a priori plus concentré mais plus représentatif d'un lixiviat réel. On pourrait alors soit le diluer avant mélange avec les milieux de vie des bio-essais (si l'on souhaite conserver les mêmes seuils) soit modifier les seuils.

Si cette solution n'a pas été préconisée auprès de la DGXI c'est d'une part que le test en colonne européen n'existait pas à l'époque (même pas à l'état de projet comme aujourd'hui) et d'autre part que l'objectif était de séparer déchets dangereux et non dangereux, et qu'un rapport LS10 (donc relativement dilué) et un test simple en batch semblait suffisant (ce qui s'est révélé exact).

Dans la perspective d'une approche de l'écotoxicité moins strictement réglementaire mais plus orienté vers l'écocompatibilité du scénario, le test de percolation serait à nouveau à considérer.

3-5 Procédure minimale

En l'état, la procédure ne comporte a priori aucune redondance :

- une approche analytique (sur brut et sur éluat) et une approche bio-essais,
- des tests aigus, subaigus et chroniques,
- des niveaux trophiques complémentaires (bactéries, crustacés, végétaux, animaux),

- des tests en milieu aqueux (transfert des polluants dans l'eau) et dans le sol (milieu vivant des végétaux et des vers de terre).

Des voix se sont même élevées pour plaider le manque de tests de génotoxicité, de tests sur organismes supérieurs (poissons), sur le transfert en phase gazeuse (abeilles, oiseaux...).

En l'état, la procédure est déjà relativement onéreuse pour une procédure réglementaire : de 30 à 50 kF par échantillon de déchet selon les laboratoires et les analyses appliquées.

Bien sûr, il faut procéder par étape en commençant par les moins onéreuses qui, si elles se révèlent éliminatoires, conduisent à des économies substantielles :

- 1- lixivation : 500 à 1 000 F
- 2- Microtox et/ou Daphnies 48 h ou analyse de l'éluat : 1 000 à 3 000 F
- 3- Algues (très sélectif) : 4 000 à 6 000 F
- 4- Analyse sur brut (seulement si l'on a des raisons de suspecter la présence des composés visés par l'arrêté)
- 5- Cériodaphnies
- 6- Tests sur matrice solide (moins cher que cériodaphnies mais aussi moins sélectif).

Compte tenu des résultats du programme et sans que cela puisse constituer en soi une procédure suffisante, nous préconiserons le couple Microtox/Algues qui présente le meilleur rapport sensibilité-discrimination-complémentarité à faible coût.

En cas de réponse négative (CE > seuils) les chances seront bonnes d'être non écotoxique pour l'ensemble des tests retenus et de plus ce couple pourra être utilisé en contrôle qualité.

En cas de réponse positive (CE < seuils) l'étude du comportement en scénario adapté (contrôle du flux de polluants, immobilisation des polluants dans la matrice...) sera nécessaire pour trouver une filière techniquement, économiquement et environnementalement compatible.

DEUXIÈME PARTIE :
CLUB DE RÉFLEXION SUR LA DANGEROUSITÉ DES DÉCHETS

SOMMAIRE

I- PRÉSENTATION DU CLUB DE RÉFLEXION	101
1- Rappel du contexte	101
2- Principe et objectif	101
3- Noms et coordonnées des participants	102
II- GERMAN SITUATION	104
1- Hazardous waste definition	105
2- Technical evaluation	105
3- Change of status	106
III- DUTCH SITUATION	107
1- Hazardous waste definition	107
2- Technical evaluation	108
3- Change of status	110
4- Relationship with european legislation	110
5- Summary	111
IV- DANISH SITUATION	112
1- Hazardous waste definition	112
2- Technical evaluation	113
3- Change of status	113
4- Relationship with european legislation	114
V- BELGIUM SITUATION IN WALLON REGION	115
1- Hazardous waste definition	115

2- Technical evaluation	116
3- Change of status	116
VI- BRITISH SITUATION	117
1- Hazardous waste definition	117
2- Technical evaluation	118
VII- AUTRIA SITUATION	120
1- Hazardous waste definition	120
2- Technical evaluation	120
3- Change of status	120
4- Relationship with european situation	121
VIII- SYNTHÈSE	122
IX- LISTE DES DOCUMENTS COLLECTÉS ET DISPONIBLES AUPRÈS DE RECORD	126
ANNEXES	130
Annexe 9 : Structure et compétence des Ministères représentés dans le club de réflexion	

+

PRÉSENTATION DU CLUB DE RÉFLEXION

1- RAPPEL DU CONTEXTE

Un club de réflexion sur la transcription en droit national des textes européens relatifs à la classification des déchets dangereux a été constitué et animé par POLDEN en 1996, lors de la première phase de l'étude (Étude 95-106/1A). Les activités de ce club se sont poursuivies en 1997 à la demande du comité de pilotage. En 1996, ont été rassemblés des représentants des Pays-Bas, du Royaume-Uni et de la France. En 1997, ce groupe s'est étendu à l'Allemagne, à la Belgique (Région Wallonne), à l'Autriche et au Danemark²⁹.

2- PRINCIPE ET OBJECTIFS DU CLUB DE RÉFLEXION SUR LA DANGÉROSITÉ DES DÉCHETS

Le club de réflexion a été créé à la demande du comité de pilotage, en 1996, pour que le programme expérimental H14 soit une contribution effective à une harmonisation européenne de la classification des déchets dangereux.

Pour atteindre cet objectif ambitieux et de longue haleine, il s'est réuni une fois en 1996-1997 et deux fois en 1997-1998³⁰ en marge des réunions officielles du CAPST (Comité d'Adaptation des Directives aux Progrès Scientifiques et Techniques) dont la plupart des membres de notre club sont également participants au nom de leur État membre.

Au cours de ces réunions, les représentants des États Membres concernés ont présenté leur réglementation nationale en matière de classification des déchets dangereux.

Les points suivants ont été abordés :

- transcription nationale du Catalogue Européen des Déchets et de la Liste des Déchets Dangereux,
- définition des déchets dangereux,
- possibilité de surclassement/déclassement d'un déchet.

Parallèlement, POLDEN a présenté les objectifs, le contenu et les résultats banalisés du programme expérimental H14.

²⁹ Les documents qui nous ont été transmis sur la structure et les compétences des Ministères représentés ont été mis à disposition auprès de la Direction Scientifique de l'Association RE.COR.D.

³⁰ Comptes-rendus en annexe 1 du rapport.

Ci-après, nous faisons état des informations et documents collectés auprès des participants et présentons successivement la situation :

- en Allemagne,
- aux Pays-Bas,
- au Danemark,
- en Belgique (Région Wallonne),
- en Autriche,
- au Royaume-Uni.

Avec l'accord du comité de pilotage, cette partie est rédigée en anglais car elle a été transmise aux divers intéressés pour validation.

3- NOMS ET COORDONNÉES DES PARTICIPANTS

Voir tableau ci-après.

Représentants	Pays	Téléphone/fax	1997	1997-98
M. KEUZENKAMP Ministry for the Environment Rynstraat 8 Postbus 30945 NL-2500 GX Den Haag	Pays-Bas	(+31) 703394178 (+31) 703391285	*	
M. van der WAAL Ministry for the Environment Rynstraat 8 Postbus 30945 NL-2500 GX Den Haag	Pays-Bas	(+31) 703394357 (+31) 703391283		*
M. SHORT Dpt of the Environment Romney House 43 Marsham street GB- London SW1P 3PY	Royaume-Uni	(+44) 1712768301 (+ 44) 1712768403	*	
M. PLUMMER Dpt of the Environment Romney House 43 Marsham street GB- London SW1P 3PY	Royaume-Uni	(+44) 1712768771 (+ 44) 1712768403	*	
M. WAGNER Federal Ministry for the Environment, Nature Conservation and Nuclear Safety PO Box 120629 D- 53048 Bonn	Allemagne	(+49) 228 305 2591 (+49) 228 305 2398	*	*
M. Drossard Federal Ministry for the Environment, Nature Conservation and Nuclear Safety PO Box 120629 D- 53048 Bonn	Allemagne	(+49) 228 305 2399 (+49) 228 305 2398		*
M. MOSER Federal Ministry of Environment, Youth and Family Division III/4 Stubenbastel 5 A-1010 Vienna	Autriche	(+431) 515223521 (+431) 515223003 E-mail : andreas.moser@ bmu-gv.at		*
Lone SCHOU et Henrik DALGAARD Ministry of Environment and Energy Danish Protection Agency Strandgade 29 DK-1410 Copenhagen K	Danemark	(+45) 32660100 (+45) 32660479		*
Mme PECHEUX Région Wallonne - Office Wallon des Déchets Avenue Prince de Liège 15 B-5100 Jambes	Belgique	(+32) 81325678 (+32) 81325775		*
M. MERCIER Région Wallonne - Office Wallon des Déchets Avenue Prince de Liège 15 B-5100 Jambes	Belgique	(+32) 81325864 (+32) 81325775		*
Philippe SAMUEL Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement 20, avenue de Ségur F-75302 Paris 07 SP	France	(+33) 142191556 (+33) 142191468	*	*
Bénédicte COUFFIGNAL Association RE.CO.R.D. Bât CEI BP 2132 69 603 Villeurbanne cedex	France	(+33) 472439866 (+33) 478890417		*
Jacques MÉHU POLDEN INSAVALOR Bât CEI BP 2132 69 603 Villeurbanne cedex	France	(+33) 478895165 (+33) 472439866	*	*
Laurence GRELIER-VOLATIER POLDEN INSAVALOR Bât CEI BP 2132 69 603 Villeurbanne cedex	France	(+33) 478895165 (+33) 472439866	*	*

GERMAN SITUATION

Germany brought into force the **Waste Avoidance Recovery and Disposal Act of 27th September 1994** on 7th October 1996. It consists of 13 articles. Article 1 of this Act is the "**Act for Promoting Closed Substance Cycle Waste Management and Ensuring Environmentally Compatible Waste Disposal**".

This Act - also called the Closed Substance Cycle and Waste Management Act - places an increased emphasis on waste avoidance and represents a real beginning for closed substance cycle waste management in Germany.

This new waste management legislation introduces a new and broader definition of waste : it does not only deal with "waste for disposal", but also with "waste for recovery".

Along with the **Waste Avoidance Recovery and Disposal Act**, seven Ordinances and one Guideline came into force :

- Ordinance on the Introduction of the European Waste Catalogue of 13rd September 1996,
- Ordinance on the Codification of Waste Requiring Special Supervision of 10th September 1996,
- Ordinance on the Codification of Waste for Recovery Requiring Supervision of 10th September 1996,
- Ordinance of Waste Recovery and Disposal Records of 10th September 1996,
- Ordinance on Transport Licences of 10th September 1996,
- Ordinance on Waste Management Concepts and Waste Life-Cycle Analyses of 13th September,
- Ordinance on Specialised Waste Management Companies of 10th September 1996,
- Guideline of the Work and Recognition of Waste Management Associations of 9th September 1996.

Concerning waste classification, the both Ordinances to be mentioned are the following :

- **Ordinance on the Introduction of the European Waste Catalogue** : it transposes Commission Decision 94/3/EC of December 1993 establishing a list of waste pursuant to Article 1a of Council Directive 75/442/EEC on waste.
- **Ordinance on Waste Requiring Special Supervision** : it transposes the Council Decision 94/904/EC of 22th December 1994 establishing a list of hazardous wastes pursuant to Article 1 (4) of Council Directive 91/689/EEC on hazardous waste. In addition, it establishes a second list of wastes that require special supervision, as a result of hazard characteristics listed in the Closed Substance Cycle and Waste Management Act.

1- HAZARDOUS WASTE DEFINITION

Under the Ordinance on Waste Requiring Special Supervision, the following waste shall require supervision :

- "1- Waste listed in Annex 1 of this Ordinance as being hazardous waste within the meaning of Council Directive 91/689/EEC of 12th December 1991 on hazardous waste, amended by Directive 94/31/EC of 27th June 1994,
- 2- Waste listed in Annex 2 of this Ordinance".

Annex 1 of the said Ordinance transposes the list of hazardous waste one-to-one. According to German legislation, the European Hazardous Waste List represents the minimum extent of wastes that require special monitoring. For this reason, this list has been included in full as Annex 1 but as a subset of the wastes that require special monitoring.

In its Annex 2, the Ordinance lists additional waste types that must be classified as requiring special monitoring, taking into account the criteria listed in Article 41, paragraph 1, sentence 1 of the **Closed Substance Cycle and Waste Management Act** : "(...), that, due to its type, nature or amount, poses a particular risk of health, air quality or water quality, that is explosive or flammable or that contains or could foster pathogens of communicable diseases (waste for disposal that requires special supervision)".

The additional wastes requiring special monitoring listed in Annex 2 include :

- wastes mentioned in EWC but not listed in HWL,
- wastes which are neither listed in EWC nor in HWL but represent a part of entry in the EWC (additional working underlined).

These wastes are separately designated as a significant subset in Germany. In order to highlight this status, they are listed with the waste-code extension "D".

2- TECHNICAL EVALUATION

In article 41 para 1 sent of the Closed Substance Cycle and Waste Management Act there is a description of criteria, due to which the details on the procedure for evaluation waste requiring special supervision are decided.

3- CHANGE OF STATUS

Pursuant to article 41 paragraph 4 of the Closed Substance Cycle and Waste Management Act, the competent (launders level) authority can, in individual cases, classify waste differently with regards to its monitoring. This means that the authority may "upgrade" a given type of waste : from waste that requires monitoring or waste for recovery that requires no monitoring to waste that requires special monitoring. Similarly, it may "downgrade" a given type of waste : from waste that requires special monitoring to waste that requires monitoring.

The technical procedures for changing status are not detailed in the text.

-III-

DUTCH SITUATION

In the past, the general framework of waste regulation was set out by the Chemical Waste Act and the Waste Substances Act. The first applied to chemical wastes and spent oil and the second one to the other wastes.

When the Act of 13 May 1993 to extend and amend the Environmental Management Act came into force, the Waste substances Act and the Chemical Waste Act were repealed.

This Environmental Management Act is based on a division of waste substances into four categories : car wrecks, domestic waste, industrial waste and hazardous waste.

Concerning this last category, the implemental Decree to be mentioned is **the hazardous waste designation and spent oil designation Decree of 25 november 1993**. This text is also known as **Hazardous Waste designation Decree of BAGA** (Dutch acronym).

1- HAZARDOUS WASTE DEFINITION

The basis for the designation of waste substance as hazardous is the article 3 of this Decree. It refers to a list of processes and a list of substances.

Are designated as hazardous waste :

- "(a) Waste substances which are generated in the processes referred to in column O of Appendix I to this Decree and consist wholly or partly of the waste substances referred to in Appendix I, column A, unless provided otherwise in that Appendix ;
- (b) Waste substances which consist wholly or partly of substances referred to in Appendix II, unless the concentration of the substances is less than the limit indicated for this purpose in Appendix II".

Appendix I : list of processes generating hazardous wastes.

Column P is an exhaustive list of processes ; in certain cases, the main group is designated as the process and a non-exhaustive summary of examples of processes which are concerned by the description of the main group, e.g. : "41-Waste treatment processes, e.g. incineration, distillation, and separation and concentrations techniques".

Column A relates to an exhaustive list of hazardous wastes generated by the processes indicated in Column P.

This means that a waste substance which is not in column A but is generated by a process in Column P is not designated as hazardous waste on the basis of this Appendix. But a waste substance which appears in column A and has been generated by a process in Column P is to be considered as hazardous. Only in exceptional cases, if a company can prove its waste will never contain substances, listed in Annex II, an exemption from the designation of hazardous wastes can be granted.

If a given waste from a given process is mentioned in the list given in Appendix I, it has to be considered as "hazardous waste". If the waste is not mentioned, then the composition of the waste determines the classification. For this purpose a list of concentration limit values is also laid down in the BAGA (Appendix II).

Appendix II : list of substances and limit values.

The substances are divided in five classes : A, B, C, D and E. The E class alone has no concentration limits.

2- TECHNICAL EVALUATION

Procedure to determine if a specific waste is hazardous

STEP ① Consult the list of processes with hazardous waste (Appendix I). Check whether the process generating the waste appears in the P column and whether the waste is mentioned in the S column. If it is, Appendix II (list of substances) and Appendix III (list of exemptions) do not apply → **the waste is hazardous**³¹.

STEP ② If the waste is not designated as a hazardous waste in accordance with STEP ①, it is necessary to apply Appendix II. Check if the waste contains one or more substances listed in Appendix II. If it is, check the concentration limits :

- concentration > concentration limit → **the waste is hazardous**
- concentration < concentration limit → **the waste is non hazardous**

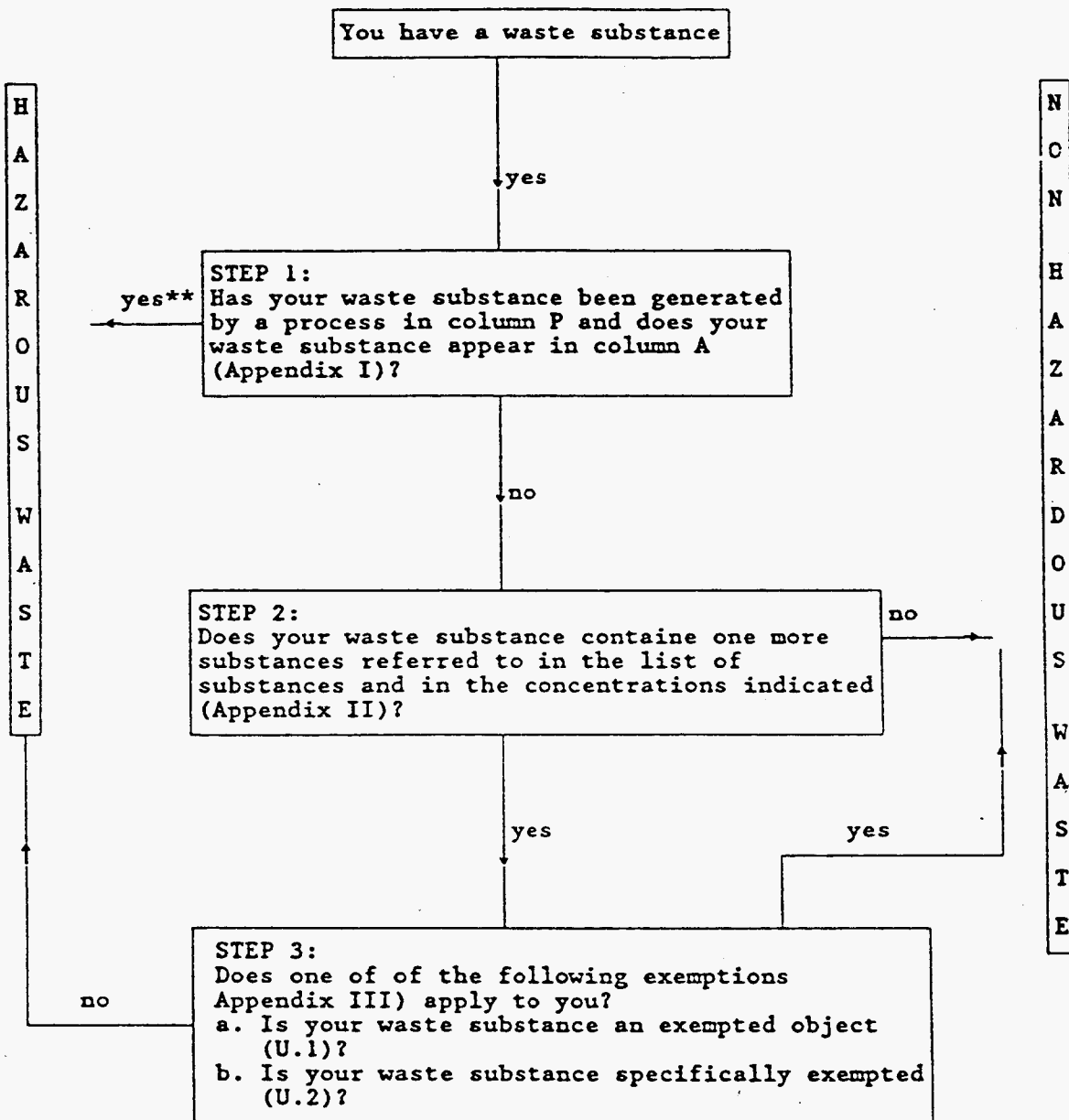
STEP ③ If the waste is designated as hazardous waste in accordance with STEP ②, it is necessary to apply Appendix III (list of exemptions) :

- no exemption applies to this case → **the waste is hazardous**
- one or more exemptions apply to this case → **the waste is non hazardous**

This procedure is presented on figure 1, next page.

³¹ Only in exceptional cases if a company can prove its waste will never contain substances, listed in Annex II, an exemption from the designation of hazardous wastes can be granted.

Designation system under the Hazardous Waste Designation Decree*



* Domestic waste not transferred or collected is not covered by the designation of hazardous substances.

** If you show in accordance with article 4, paragraph 2, of the Decree that your waste does not contain a substance or substances in the concentrations specified in the list of substances, your waste is not designated as hazardous waste.

The technical evaluation of hazardous waste properties in relation to the Designation of Hazardous waste is given in the *Hazardous Waste Designation Order of 1993*.

This order contains rules regarding the measuring and sampling methods and the application of article 4, paragraph 2 of the Hazardous Waste Decree (delisting according to Appendix II). It also regulates the procedure for obtaining an exemption certificate by a provincial executive³².

The processor of a given waste must perform analysis to show in which concentrations the substances mentioned in Appendix II of the Hazardous Waste Designation Decree are present in the waste. Then, the provincial executive assesses whether it has been well demonstrated that the substances referred to in Appendix II of that Decree are present in concentrations lower than the limit values. If the provincial executive states that it is the case, he issues a certificate of exemption with a well-defined period of validity which must not exceed two years.

3- CHANGE OF STATUS : HAZARDOUS → NON HAZARDOUS

According to article 4, paragraph 2, of the Decree an exemption from the designation as hazardous waste is possible if that waste does not contain substances in higher concentrations than the limit values given in Annex II (list of substances : "*the provisions of article 3 (a) shall not apply to waste substances which have been shown by the possessor to contain the substances referred to in Appendix II exclusively in concentration less than the limit indicate for this purpose in Appendix II (...)*"). This article must not be applied to wastes coming from "medical treatment in residential outpatient health care establishment".

4- RELATIONSHIP WITH EUROPEAN LEGISLATION

It should be noted that the Hazardous Waste Designation Decree has been established in continuation to the Chemical Waste Designation Decree which has been superseded by the BAGA. The aim of the present Decree was to differ as little as possible from its predecessor. This explains that the Dutch legislation has been amended and extended to be in compliance with European legislation but does not constitute a real implementation of Directive 91/689/EEC and Decision 94/404/EC. Indeed, the list of hazardous wastes has globally been kept and other wastes have been added to be in compliance with European legislation.

Because of the proposed date for the entry into force of the Environmental Waste Management, i. e. 1st January 1994, this Decree has been elaborated before the adoption of the European Waste list but a review of the Decree is expected to ascertain to what extent it needs to be amended (Explanatory Memorandum, p. 14 of the Decree).

³² The provincial executive refers to the province in which the concerned waste is located.

5- SUMMARY

They have their own classification system but, according to M. Van der Waal, the result is comparable to the european one. Their national classification refers to concentration limits and the origin of the waste.

At this time they have both management plans for hazardous and non hazardous waste.

In next future they intend to implement EWC and HWL. So the next plan for hazardous waste will integrate the new classification system. Provision for delisting will still be envisaged at national level (preferably than at local level) but they would like the delisting proceure to be harmonized at the european level.

-IV-

DANISH SITUATION

In Danish regulation, Council Directives 91/156/EEC, 91/689/EEC amended by 94/31/EEC, Decisions 94/3/EC and 94/904/EC are implemented under the *statutory Order on disposal, planning and registration of waste*. This Order is the Order n° 299 of 30th April 1997.

1- DEFINITION OF HAZARDOUS WASTE

According to this Order "hazardous waste" shall mean :

- waste featuring on the list of waste in Appendix 2 and marked as hazardous waste, and which complies with the criteria mentioned in Appendices 3 and 4,
- as well as waste which complies with the criteria mentioned in Appendices 3 and 4.

This last point means that a waste which complies with the criteria in Appendices 3 and 4, is "hazardous waste" even though it is not marked in bold type in Appendix 2.

Appendix 2 : list of wastes which bring into effect the European Waste Catalogue. Wastes which appear in bold type are considered hazardous when the criteria in Appendices 3 and 4 are fulfilled.

Appendix 3 : properties of wastes which render them hazardous. According to this Appendix, waste is regarded as hazardous if it demonstrates one or more of the listed properties "1 to 15". These properties are classified into 5 categories :

- Properties 1 to 3 : fire hazard
 - explosive (H1)³³
 - oxidising (H2)
 - flammable (H3)³⁴
- Properties 4 to 8 : health hazard
 - toxic (H6)
 - harmful (H5)
 - corrosive (H8)
 - local irritant (H4)
 - allergenic

³³ We give between brackets the hazard properties of the Directive 91/689/EEC which correspond to those of the Danish Order.

³⁴ There is no distinction between "easily flammable - H3A" and "flammable - H3B". So there is also no limit value for the flash point.

- Properties 9 to 11 : health hazard
 - carcinogenic (H7)
 - mutagenic (H11)
 - teratogenic and harmful for fertility (H10)
- Property 12 : harmful to the environment
 - ecotoxic (H14)
- Property 13 : infectious (H9)
- Properties 14 and 15 : other (H12 and H13)

So, this Appendix implements the Appendix III of the Directive 91/698/EEC with the additional hazard property "allergenic property", which refers to : "any substances or products which, if they are inhaled or ingested, or if they penetrate the skin may involve death or cause acute or chronic poisoning".

Appendix 4 : percentage limitatiois which render waste non hazardous. According to this Appendix, waste is hazardous under all circumstances if :

- the flash point of the waste is $\leq 55^{\circ} \text{C}$,
- the sum of the composite chemical substance(s) which exhibit the characteristics specified in Appendix 3 amounts to a concentration which is equal, or exceeds, the given percentage limits (percentage weights).

2- TECHNICAL EVALUATION OF HAZARDOUS WASTE

They use the methods which are referred to in Council Directive 91/689/EEC Annex III, which means the methods from Directive 67/548/EEC Annex V and its newest amendments (Directive 92/69 and 93/21).

3- CHANGE OF STATUS

According to article 8, S48 of the Order, "the Local Authority Council shall establish collection schemes where hazardous waste, except for explosive waste cf S49, is collected from establishments or undertakings". Establishments and undertakings are obliged to use the schemes laid down.

The Local Authority may exempt from the requirements , if the establishment or undertaking establishes that hazardous waste can be disposed of using its own arrangements in a manner which is environmentally reasonable.

According to S61 :

- § 1 : "the Local Council shall inform the Danish Environmental Protection Agency of decisions where waste which is frequently produced by an enterprise, or public or private institution and which fulfils the criteria in Appendices 3 and 4, but which does not appear in Appendix 2, is classified as hazardous waste under Appendices 3 and 4" : *change of status from non hazardous to hazardous waste by using criteria in Appendices 3 and 4.*
- § 2 : "the Local Council shall also inform the Danish Environmental Protection Agency of waste which is frequently produced by an enterprise or undertaking, or public or private institution and which does not fulfil the criteria of Appendices 3 and 4, but which appears in Appendix 2 as hazardous waste" : *change of status from hazardous to not hazardous by using criteria.*

This change of status procedure occurs at a national level. The municipalities in Denmark inform the Danish EPA if they changed status of some waste. The Danish EPA then informs the Commission for a revision of the Hazardous Waste List.

More over, it is possible for a possessor to prove to Local Authority that a given waste which appears in bold in Appendix 2 does not display neither one of the hazard properties of Appendix 3 nor concentrations exceeding limit values of Appendix 4.

4- RELATIONSHIP WITH EUROPEAN LEGISLATION

This Order implements EWC and HWL.

It contains additional entries in the Danish EWC. Concerning the implementation of HWL, the national list contains entries which are both existing and a few additional entries.

The additional entries in the national hazardous waste list have been defined by using the criteria in Appendices 3 and 4.

-V-

BELGIUM SITUATION IN WALLOON REGION

The Walloon Region has implemented the EWC and HWL under regional regulation by the *Walloon Order of 10 July 1997 establishing a Waste Catalogue*. The text is in force since August 98. It repeals the *Walloon Order of 23 December 1992 establishing a list of Waste*.

The Walloon classification is very similar to the European one but more detailed. Indeed, in the Walloon catalogue, the waste are classified according three categories : hazardous similar to household waste and inert.

1- DEFINITION OF HAZARDOUS WASTE

According to the article 3 of this Order, a waste is to be considered as hazardous when³⁵ :

- 1- It is mentioned in the column 3 "hazardous waste" of the table given in Annex I,
- 2- It is composed by one constituent listed in Annex II (C1 to C51) and displays one or more of the properties of Annex III (H1 to H14)³⁶, and :
 - a) as regards to H3 to H8 if Annex III if displays one or more of the following³⁷ :
 - flash point $\leq 55^{\circ}$ C,
 - one or more substances classified as very toxic at a total concentration $\geq 0,1$ %,
 - one or more substances classified as toxic at a total concentration ≥ 3 %,
 - one or more substances classified as harmful at a total concentration ≥ 25 %,
 - one or more corrosive substances classified as R35 at a total concentration ≥ 1 %,
 - one or more corrosive substances classified as R34 at a total concentration ≥ 5 %,
 - one or more irritant substances classified as R41 at a total concentration ≥ 10 %,
 - one or more irritant substances classified as R36, R37, R38 at a total concentration ≥ 20 %,
 - one or more substances known to be carcinogenic (categories 1 or 2) at a total concentration $\geq 0,1$ %,

³⁵ There is no english version of this Order, so this is a translation from POLDEN.

³⁶ Annexes II and III correspond to the annexes of Directive 91/689/EEC of 12 December 1991.

³⁷ Except the additional last point, this part corresponds to the assessment of H3 to H8 properties given in article 2 of Decision 94/904/EC.

- one or more chemical substances of the carcinogenic substances listed in article 148 of the general regulation for the workers protection at a total concentration $\geq 0,0001$ %.

b) as regards to C1, C8, C11, C16, C17, C20, C21, C38 of Annex II if the concentration, per kg of dried matter is :

- > 250 mg of inorganic cyanides, except for ferro and ferricyanides (result expressed in CN),
- > 1 000 mg of organic nitrile or cyanides (result expressed in CN),
- > 4 000 mg of fluorine inorganic compounds, except for calcium fluorides (result expressed in F),
- > 1 000 mg of arsenic (result expressed in As),
- > 100 mg of mercury (result expressed in Hg),
- > 100 mg of thallium (result expressed in Tl),
- > 1 000 mg of cadmium (result expressed in Cd),
- > 250 mg of beryllium (result expressed in Be).

2- CHANGE OF STATUS : HAZARDOUS → NON HAZARDOUS OR NON INERT → INERT

In accordance with article 4 of the above-mentioned Order, the Walloon Office can state that a given waste is non hazardous in spite of its classification under Annex I if the possessor demonstrates that it does not display any of the hazard characteristics of the Annex III or, with regards to H3-H8, that it does not display any of the properties listed in article 3, 2°, a. The procedure is not detailed and only refers to the methods defined to assess the hazard properties of preparations.

It is the same for a waste which is not classified as inert in Annex I : the possessor must explain why according to his point of view, the waste should be classified as inert. This request also contains general informations related to the origin, location, process...

3- RELATIONSHIP WITH EUROPEAN LEGISLATION

The hazardous waste in the *Walloon Order of 23 December 1992 establishing a list of Waste* are those which are mentioned in the HWL and some of the waste added in the Walloon waste catalogue.

So, the Walloon Region intends to propose an extension of the HWL to the Commission.

-VI-

BRITISH SITUATION**1- DEFINITION OF HAZARDOUS**

Special Waste Regulations 1996 provides the following definition of "special waste" :

1- Any controlled waste³⁸ :

- (a) to which a six-digit code is assigned in the list set out in part I of schedule 2 to this regulations (wich reproduces the list of hazardous waste annexed to Council Decision 94/904/EC establishing a list of hazardous waste pursuant to Article 1(4) of the hazardous Directive) **and**
- (b) wich subject to paragraph (3), displays any of the properties specified in part II of that schedule (which reproduces Annex III to the Hazardous Waste Directive),

is a special waste.

2- Any other controlled waste wich :

- (a) displays the property H3 A (first indent), H4, H5, H6, H7 or H8 specified in Part II of schedule 2, or
- (b) is a medicinal product, as defined in section 130 of the Medicines Act 1968...

is a special waste.

The EWC and HWL have been implemented without additionnal entries.

Summary

According to Regulation 1996 : to be special, a waste on the european list must display one or more of the hazardous properties mentioned in annex III to Directive 91/689/EEC. If the waste is not on the list then, unless it is a prescription-only medicine, it can only be a special waste if it displays one or more of properties H3A to H8. These properties are subject to the thresholds values associated with the Hazardous Wase List (Decision 94/904/EC).

This definition implements Council Directive 91/689/EEC on hazardous waste and Council Decision 94/904/EC establishing a list of hazardous waste. However it applies, in accordance with article 4 of Directive 91/689/EEC, to other waste considered by the United Kingdom to display particular hazardous properties.

³⁸ A controlled waste is a waste included in the scope of the EC Framework Directive on Waste (75/442/EEC, as amended by 91/156/EEC).

Key points :

- a waste mentioned in the European list³⁹ can be delisted if the holder demonstrates that it does not display any of the 14 hazardous properties,
- a controlled waste which is not mentioned in the European listed waste can not be considered as hazardous waste on the basis of other hazardous properties than H3A to H8,
- all fourteen hazardous properties are relevant to wastes in the list, but only six (H3A to H8) are relevant to non-listed wastes.

2- TECHNICAL EVALUATION : DESIGNATION SYSTEM

A decision tree has been published in June 1996 to determine whether a waste is a special waste. This is a desk-based assessment of the 14 hazardous properties without recourse to testing. The assessment is based on known properties of the waste's components (in the pure form) and testing remains a last resort.

According to the hazard and non-test decision system, the assessment of H14 criteria is based on presence of PCB, CFC and pesticides. It also refers to the presence of "N" substances. Testing is rarely necessary : among the 1 500 substances listed in the ASL⁴⁰, just over 100 are in class "N" and all but 20 of these display other hazards (H1 to H12 particularly very toxic, toxic and harmful).

The procedure is presented on figure , following page.

³⁹ European list : List of hazardous waste provided in Annex of Decision 94/404/EC.

⁴⁰ ASL : Approved Supply List - means the document entitled "Approved Supply List-information approved for the classification and labelling of substances and preparations for supply".

Figure

-VII-

AUSTRIAN SITUATION

Directive 91/689/EEC and Decision 94/904/EC have been implemented under the Ordinance on Hazardous waste of 1st March 1998.

1- DEFINITION OF HAZARDOUS

Annex I of the above mentioned Ordinance contains a closed list of hazardous waste. Annex II transposes the Annex III of Directive 91/689/EEC : list of hazard properties (H1 to H14). In Austrian legislation the hazard characteristics are referred as 1 to 15 instead of H1 to H14 (see annex 8).

According to this ordinance are considered as hazardous waste :

- waste listed in Annex I,
- waste which are mixture containing at least one waste of Annex I and which displays at least one hazard characteristic of Annex II.

2- TECHNICAL EVALUATION

H13 (referred as hazard characteristic n°14 in the Ordinance) mainly refers to leachates and total content in organic pollutants and heavy metals. The other hazard characteristics are related either to transport regulation (ADR) or to the chemical law.

3- CHANGE OF STATUS

The Ordinance makes provision for de-classifying a specific batch of hazardous waste. This can only be done by an expertise on a case by case basis.

An industrialist can demonstrate on the basis of documentary evidence provided in an appropriate way (using the format in Annex 3 of the ordinance) that a specific batch of waste on the list does not display any of the listed hazard properties. He has to send these evidences to the Ministry of Environment as the Competent Authority. Within six weeks the Ministry can either deny the de-classification or call for further evidence.

4- RELATIONSHIPS WITH EUROPEAN LEGISLATION

Directive 91/689/EEC have been implemented under national law but HWL will not be implemented before 2000 because of software compatibility.

Moreover they wait for improvement of HWL because they have notified to the Commission a proposal for additional entries in EWC and HWL.

-VIII-

SYNTHÈSE

	GERMANY	THE NETHERLANDS
Implementation of EWC Decision 94/3/EC	YES with no additional entries	No but foreseen in the framework of the next waste management plan
Implementation of HWL Decision 94/904/EC	YES but the german hazardous waste list contains two parts : 1- equivalent to HWL 2- additional entries of waste : <ul style="list-style-type: none"> • which are in EWC but not in HWL • which are neither in EWC nor in HWL 	No real implementation but the Dutch regulation has been amended and extended to be in compliance with european legislation (National regulation refers to concentration limits and origin of the waste)
Change of status Hazardous → non hazardous	YES : delisting can be done by local authorities on empiric decision	YES at national level. This exemption is based on a list of substances with concentration limits
Non hazardous → hazardous	YES : local authorities can "upgrade" a waste. This is done according to "German experience"	
H14		

EWC : European Waste Catalogue
 HWL : Hazardous Waste List

	DENMARK	BELGIUM (Walloon Region)
Implementation of EWC Decision 94/3/EC	YES with additional entries	YES with additional entries
Implementation of HWL Decision 94/904/EC	YES : The national list is more extended than HWL and contains a few additional entries (defined by using the criteria in appendices 3 and 4 : hazardous properties and percentage of limitation)	YES : The national list is more extended than HWL and contains additional entries
Change of status Hazardous → non hazardous	YES : Local council can delist a waste. But first, they must inform the Danish EPA. These cases are notified to the commission for revision of HWL.	YES : Walloon Office can state that a given waste is non hazardous in spite of its classification if its possessor demonstrates that it does not display any of the hazard properties or, with regards to H3-H8, that it does not display any of the properties listed in article 3, 2° a. No procedure
Non hazardous → hazardous	YES : local council can "upgrade" but must keep Agency informed the Danish Environmental Protection	
H14		

EWC : European Waste Catalogue
HWL : Hazardous Waste List

	AUSTRIA	UNITED KINGDOM
Implementation of EWC Decision 94/3/EC	No	YES with no additional entries
Implementation of HWL Decision 94/904/EC	No because of software compatibility problems but they have already implemented Annex III of Directive 91/689/EEC (hazard properties) and intend to transpose HWL before 2000	YES with no additional entries
Change of status Hazardous → non hazardous	YES : delisting procedure is envisaged. It is based on the hazardous characteristics. It can be done at local level but the Ministry must be informed of the demonstration results	YES : a waste mentioned in the hazardous waste list can be delisted if the holder demonstrates that it does not display any of the 14 hazard properties
Non hazardous → hazardous		
H14	The "ecotoxic" property is based on the presence of <ul style="list-style-type: none"> • CFC and over similar compounds, • ecotoxic substances (transport regulation) 	Evaluation of special waste is desk based assessment of the 14 hazardous properties without recourse to testing. The assessment of H14 criteria is based on the presence of PCB, CFC and pesticide. It also refers to the presence of "N" substances

EWC : European Waste Catalogue
HWL : Hazardous Waste List

	FRANCE
Implementation of EWC Decision 94/3/EC	YES with no additional entries
Implementation of HWL Decision 94/904/EC	YES with no additional entries
Change of status Hazardous → non hazardous	No : the delisting process mentioned in 94/904 has not been implemented byt application methods for hazardous criteria are under development and local dispensation are potentialy possible
Non hazardous → hazardous	No, not for the time being
H14	Draft Ministerial Order (01/98) "criteria and methods for waste ecotoxicity assessment" based on both analysis and bio-essays (acute and chronic tests on eluates, and on solid matrices)

EWC : European Waste Catalogue
 HWL : Hazardous Waste List

**LISTE DES DOCUMENTS COLLECTÉS ET DISPONIBLES AUPRÈS
DE RECORD**

(1) An Analysis of Environmental Impact Studies of Installations for the Treatment and Disposal of Toxic and Dangerous Waste in the E.U. (Ispra Study on Projects under Directive 85/337/EEC, Annex I.9) ; **Institute for Systems, Informatics and Safety for the European Commission, 1996.**

(2) Global Waste Survey - Final report ; **International Maritime Organization, 1995.**

ROYAUME-UNI

(1) Making Waste Work a strategy fo sustainable waste management in England and Wales ; **Department of the Environment and Welsh Office, 1995.**

ALLEMAGNE

(1) Waste Avoidance, Recovery and Disposal Act of 27 September 1994.

(2) Ordinance on the introduction of the European Waste catalogue of 13 September 1996.

(3) Ordinance on the Codification of Waste Requiring Special Supervision of 10 September 1996,

(4) Ordinance on the Codification of Waste for Recovery Requiring Supervision of 10 September 1996,

(5) Ordinance of Waste Recovery and Disposal Records of 10 September 1996,

(6) Ordinance on Transport Licences of 10 September 1996,

(7) Ordinance on Waste Management Concepts and Waste Life-Cycle Analyses of 13 September 1996,

(8) Ordinance on Specialised Waste Management Companies of 10 September 1996,

(9) Guideline of the Work an Recognition of Waste Management Associations of 9 September 1996 ; **Federal Ministry for Environment, Nature Conservation and Nuclear Safety.**

(10) Umweltschutz in Deutschland ; **Bunderministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit, 1995.**

PAYS-BAS

(1) Multi-year plan for hazardous waste II (MJP-GA II) - Policy statement of the Minister of Housing, Spatial Planning and the Environment and the Association of Provincial Authorities ; **Ministry of Housing, Spatial Planning and the Environment, 1997.**

(2) Hazardous Waste Designation Decree. Decree of 25 november 1993 on designation hazardous wastes and designation spent oil as waste.

(3) Hazardous Waste Designation Order. Order of the Minister of Housing, Spatial and Environment containing further rules on the designation of hazardous waste, 1993.

DANEMARK

(1) Statutory Order n° 299 of 30 April 1997 on waste (Draft). The final version has been published but we only have an english version of the draft.

BELGIQUE - Région Wallonne

(1) Arrêté du Gouvernement Wallon établissant un catalogue des déchets.

BELGIQUE - Région de Bruxelles-Capitale

(1) Arrêté du Gouvernement de la Région de Bruxelles-Capitale fixant une liste indicative de déchets dangereux.

(2) Ordonnance du 7 mars relative à la prévention et à la gestion des déchets.

BELGIQUE - Région Flamande

(1) Arrêté du Gouvernement Flamand fixant le règlement flamand relatif à la prévention et à la gestion des déchets.

AUTRICHE

(1) Verordnung des Bundesministers für Umwelt, Jugend und Familie Über die Festsetzung von gefährlichen Abfällen und Problem Stoffen ; Festsetzungsverordnung 1997 id F. BGBl. II 75/1998.

CONCLUSION GÉNÉRALE DE L'ÉTUDE

Cette étude complexe a mis en jeu un grand nombre de données, appartenant à des domaines très différents :

- le statut réglementaire des déchets en France, dans les différents États membres et au niveau européen,
- la problématique des niveaux régionaux (DRIRE, Länder...), nationaux et européens de décision,
- la concertation industrie/administration,
- la concertation entre États membres,
- l'utilisation de programmes de recherche en soutien critique à la définition de réglementation, avec la gestion d'intérêts éventuellement divergents entre les différents partenaires,
- l'évolution des réglementation en cours de programme,
- les questions classiques soulevées par tous les programmes portant sur les déchets (représentativité des échantillons vis à vis de la catégorie, voire même vis à vis de la production, échantillonnage, choix des procédures (mis en œuvre des normes quand elles existent), fiabilité des analyses, seuil de détection...)
- toutes les questions inhérentes au domaine de l'écotoxicité (choix des organismes testés, (en particulier leur représentativité vis à vis du milieu naturel), dualité entre tests classiques normés et tests "maison" éventuellement plus pertinents ou plus spécifiques, reproductibilité, constance des élevages, intervalle de confiance, relation entre la nature des polluants et les spécificités des réponses de tel ou tel test),

Il est par conséquent bien évident que ce programme à lui seul n'amène pas de réponse définitive à la question de "l'attribution du caractère dangereux des déchets via l'évaluation de l'écotoxicité".

Son objectif est toutefois, nous semble-t-il, atteint dans la mesure où la concertation industrie/administration autour de la définition, du pilotage et de l'exploitation d'un programme de recherche pré-réglementaire a été effective (dans le cadre du Comité de Pilotage), même si a posteriori, l'utilisation des résultats dans la concertation plus classique qui a repris depuis reste à faire vivre.

Un autre élément objectivement très positif a été la participation active des représentants du CAPST des différents États membres à notre club de réflexion. Ils étaient unanimes pour dire que les échanges informels sur ce sujet leur avaient semblé beaucoup plus fructueux que les prises de position un peu trop " officielles " et sur la défensive " qu'ils sont amenés à prendre devant la DGXI.

D'un point de vue méthodologique, il nous semble qu'en complément des éléments discutés au VI, on peut dégager de cette étude les deux points suivants :

1- la quasi totalité des déchets testés (DIS, non dangereux voire même classiquement considérés comme inertes) conduisent à des effets écotoxiques sur les différents organismes testés dans les bio-essais de la procédure. De plus les effets observés ne sont toujours dans le sens des statuts actuels des déchets testés. Ce résultat surprenant pose bien sûr le problème de la discriminance d'une telle procédure ou a contrario le problème de la discrimination a priori qui existe dans la réglementation entre "réputés dangereux" et "réputés non dangereux".

2- les bio-essais ne fournissent pas toujours des réponses manichéennes à la question posée. On observe un effet dont ne connaît pas l'origine et dont ne connaît pas la représentativité vis à vis de l'environnement. De ce fait on est constamment amené à se poser la question d'un test supplémentaire pour tendre vers une garantie absolue de non impact qui bien sûr est un leurre. De plus certains tests sont relativement lourds à mettre en œuvre et les coûts relativement élevés dès que l'on doit appliquer une batterie de tests. Enfin les réponses sont quelquefois incertaines (spécificité de l'espèce ou de l'élevage, intervalle de confiance variable...).

Ces éléments en font à la fois une approche incontournable de l'évaluation de la dangerosité intrinsèque des déchets en complément des analyses mais un outil délicat à mettre en œuvre dans un cadre réglementaire strict (fonctionnant en tout ou rien).

Nous pensons que, plutôt qu'une réponse définitive et irrévocable concernant le statut de déchet dangereux, des réponses positives aux bio-essais pourraient être considérées comme des indicateurs de danger potentiel pouvant contribuer à la recherche de scénarios appropriés de gestion.

Par conséquent nous proposons trois approches complémentaires adaptées aux différents besoins :

a/ objectif réglementaire en terme de statut : une procédure légère, sélective, par exemple le couple microtox/algues sur éluats contenant une fraction de particules (c'est à dire filtrés à une taille à optimiser entre 0,45 et 100microns). Cette procédure légère serait bien sûr comme actuellement couplée à des déterminations analytiques.

b/ objectif en terme de définition et de validation de filières techniquement, économiquement et environnementalement compatible : pour les déchets appelés à un contact avec le milieu naturel (stockage, dépôt, utilisation en T.P.) privilégier le recours à l'évaluation comportementale en scénarios (norme ENV 12 920) ayant comme objectif de qualifier et de quantifier le terme source (c'est à dire le flux de polluants) dans les conditions et sous l'effet des facteurs d'influence du scénario y compris bien sûr en terme d'échelle de temps. C'est ce que propose déjà le Ministère de l'Environnement page 6/18 de son projet de janvier 1998 pour les déchets stabilisés et vitrifiés. Le Ministère a d'ailleurs lancé une mission de réflexion pour l'application de ce principe à tous les déchets en particulier ceux issus de process thermiques.

c/ objectif en terme d'impact environnemental réel : C'est l'approche dite de "l'écocompatibilité" où les effets potentiels du terme source étudié ci-dessus sont évalués sur les écosystèmes réels des scénarios. Il est bien sûr hors de question de proposer cette approche dans un cadre réglementaire. Par contre un certain nombre de cas types étudiés de manière approfondie pourraient, par effet feed-back, alimenter la réflexion et aider à dégager des bases "écocompatibles" aux futures réglementations.

BIBLIOGRAPHIE

CLÉMENT B. - La toxicité aiguë des lixiviats de décharge : apports respectifs et complémentarité des approches biologique et physico-chimique ; 1994.

FÉRARD J.-F. et FERRARI B. - Quel test de toxicité chronique sur invertébrés faut-il choisir pour l'évaluation de la dangerosité des déchets ? ; **Déchets, Sciences et Techniques** 8, 4^{ème} trimestre ; 1997.

JEAN G. - Evaluation de la toxicité aiguë de solutions synthétiques et d'effluents à partir d'un multi-test macroinvertébrés : le M. T. M. Comparaison des réponses des macroinvertébrés avec celles de *P. phosphoreum*, *Daphnia magna* et *Brachydanio rerio* ; 1991.

LAMBOLEZ L., VASSEUR P., FÉRARD J.-F. et GISBER T., The environmental risks of industrial waste disposal : an experimental approach including acute and chronic toxicities studies, *Ecot. Environ. Safety*, **28**, p. 317-328 ; 1994.

PERRODIN Y. - Proposition méthodologique pour l'évaluation de l'écotoxicité des effluents aqueux, 1988.

POLDEN à la demande de la DGXI. Contribution à l'établissement d'une procédure d'évaluation du critère "écotoxique" (H14 de l'Annexe III de la Directive, 91/689) ; 1994.

ANNEXES

Annexe 1 : Comptes-rendus des réunions

- 1- Coordonnées des différents participants
- 2- Réunion de lancement : 25 février 1997
- 3- Réunion du groupe "écotoxicité" : 24 avril 1997
- 4- Réunion n°1 du Club de Réflexion : 03 juillet 1997
- 5- Réunion du groupe "écotoxicité" : 12 septembre 1997
- 6- Réunion intermédiaire : 7 octobre 1997
- 7- Réunion n°2 du Club de Réflexion : 13 février 1998
- 8- Réunion de clôture : 10 mars 1998
- 9- Commentaires des industriels à l'issue de la réunion du 10.03.98
- 10- Synthèse des commentaires et réponses de POLDEN sur le sujet
- 11- Commentaires et propositions de J.-F. Féraud (CSE de Metz) : dernière version

Annexe 2 : Critères de danger H1 à H14 mentionnés dans la directive 91/689/CEE

Annexe 3 : Procédure d'évaluation de l'écotoxicité des déchets définie par POLDEN en 1994, à la demande de la DGXI

Annexe 4 : Fiches signalétiques des déchets prélevés

Annexe 5 : Calendrier des opérations d'échantillonnage, sous-échantillonnage, lixiviation et des bio-essais

Annexe 6 : Conditions de lixiviation (phase 1)

Annexe 7 : Présentation détaillée des résultats des bio-essais des phases 1 et 2 du programme expérimental

Annexe 8 : Coûts de la procédure H14

Annexe 9 : Structure et compétence des Ministères représentés dans le Club de Réflexion (document disponible auprès de la Direction Scientifique de l'Association RE.CO.R.D.)

Annexe 10 : Remarques et commentaires du rapport final provisoire

ANNEXE 1

- 1- Coordonnées des différents participants
- 2- Réunion de lancement : 25 février 1997
- 3- Réunion du groupe "écotoxicité" : 24 avril 1997
- 4- Réunion n°1 du Club de Réflexion : 03 juillet 1997
- 5- Réunion du groupe "écotoxicité" : 12 septembre 1997
- 6- Réunion intermédiaire : 7 octobre 1997
- 7- Réunion n°2 du Club de Réflexion : 13 février 1998
- 8- Réunion de clôture : 10 mars 1998
- 9- Commentaires des industriels à l'issue de la réunion du 10.03.98
- 10- Synthèse des commentaires et réponses de POLDEN sur le sujet
- 11- Commentaires et propositions de J.-F. Féraud (CSE de Metz)

Coordonnées des différents participants

Noms	Comité de Pilotage	Groupe "écotox"	Club de réflexion	Téléphone/ Télécopie	Adresse
M. Barbaza	*			01 47 68 06 96 01 47 68 29 15	Rhône-Poulenc Quai Paul Doumer 92 408 Courbevoie
Mme Bedu*	*				Groupe d'Obourg rue des Fabriques 7034 OBOURG (Belgique)
M. Blondiau	*			003264510432 003264510439	Groupe d'Obourg rue des Fabriques 7034 OBOURG (Belgique)
M. Boury	*			01 49 00 75 38 01 49 00 76 85	ELF Atochem 4, cours Michelet 92 091 Paris la Défense
M. Briand	*			02 41 20 41 20 02 41 87 23 50	ADEME 2, square Lafayette BP 406 49 004 Angers cedex 01
Mme Cario		*		04 72 76 16 16 04 78 72 35 03	LSEH 321, ave Jean Jaurès 69 007 Lyon
M. Chahine	*			01 49 11 43 15 01 49 11 43 60	Ciments Lafarge 5, BD Louis Loucheur 92 214 Saint-Cloud cedex
M. Cimolino	*	*		01 30 12 83 32 01 30 12 83 99	SOCOTEC Les Quadrants 78 182 St-Quentin-en- Yvelines cedex
Mlle Couffignal			*	04 72 43 81 88 04 78 89 04 17	RECORD 27, bd du 11 novembre 69 603 Villeurbanne cedex
M. Cros	*			01 49 00 71 00 01 49 00 80 86	ELF Atochem 4, cours Michelet 92 091 Paris la Défense
M. Defosse	*			01 34 77 77 86 01 34 77 79 85	CALCIA Les Technodes BP 01 78 931 Guerville cedex
Mme Didier	*		*	01 42 19 15 49 01 42 19 14 68	Ministère de l'Environnement 20, ave de Ségur 75 302 Paris SP07
M. Féraud		*		03 87 75 81 80 03 87 75 81 89	CSE de Metz 1 rue des Recollets BP 4025 57 040 Metz cedex 01
M. Garrivier		*		04 72 76 16 16 04 78 72 35 03	LSEH 321, ave Jean Jaurès 69 007 Lyon
Mme Grelier- Volatier	*	*		04 78 89 51 65 04 72 43 98 66	POLDEN 27, bd du 11 novembre 69 603 Villeurbanne cedex

Noms	Comité de Pilotage	Groupe "écotox"	Club de réflexion	Téléphone/ Télécopie	Adresse
M. Jalvy	*			01 30 92 98 98 01 34 78 67 97	CREED Zone Portuaire 78 520 LIMAY
Mme Leduc**	*			01 30 87 73 96 01 30 87 73 36	EDF DER 6, quai Watier 78 401 Chatou cedex
Mme Martin	*			01 30 98 11 93 01 34 79 65 22	France Déchets BP 29 78 440 Gargenville
M. Méhu	*	*	*	04 78 89 51 65 04 72 43 98 66	POLDEN 27, bd du 11 novembre 69 603 Villeurbanne cedex
M. Mercier			*	003281325864 003281325775	Office Wallon des Déchets Ave Prince de Liège 15 B-5100 Jambes Belgique
M. Moser			*	00431515223521 00431515223003	Federal Ministry of Environment, Youth and Family Studenbastei 5 A-1010 Vienne Autriche
M. Paquer	*			003265358760 003265358405	Groupe d'Obourg rue des Fabriques 7034 OBOURG (Belgique)
Mme Pécheux			*	003281325678 003281325775	Office Wallon des Déchets Ave Prince de Liège 15 B-5100 Jambes Belgique
M. Pérez	*			14 47 44 25 63 01 47 44 25 90	ELF Aquitaine Tour ELF cedex 45 90 078 Paris la Défense
M. Perrodin		*		04 78 89 51 65 04 72 43 98 66	POLDEN 27, bd du 11 novembre 69 603 Villeurbanne cedex
Mme Rebois	*			01 49 22 57 98 01 49 22 53 75	Gaz de France 361, ave Psdt Wilson BP 33 93 211 La Plaine-Saint-Denis
M. Samuel			*	01 42 19 15 56 01 42 19 14 68	Ministère de l'Environnement 20, ave de Ségur 75 302 Paris SP07
Mme Saude	*			01 30 87 73 96 01 30 87 73 36	EDF DER 6, quai Watier 78 401 Chatou cedex
M. Souchet	*			01 40 75 80 93 01 42 89 99 56	SOLVAY 12, cours Albert Premier 75 008 Paris

Noms	Comité de Pilotage	Groupe "écotox"	Club de réflexion	Téléphone/ Télécopie	Adresse
M. van der Waal			*	0047703394357 0047703391283	Ministry of Housing, Physical Planning and Environment Post Box 30945 N-2500 GX Den Haag Pays-Bas
M. Wagner			*	00492283052591 00492283052398	Federal Ministry for the Environment, Nature Conservation and Nuclear Safety PO box 12 06 29 D-53 048 Bonn Allemagne

* Madame Bedu représente Monsieur Paquer en cas d'absence

** Madame Leduc remplace Madame Saude

ÉVALUATION DE LA DANGEROUSITÉ DES DÉCHETS INDUSTRIELS

95-106-2A

Deuxième année

Réunion de lancement du 25 février 1997

Participants

Anne-France Didier	Ministère de l'Environnement
Isabelle Martin	France Déchets
Patrice Barbaza	Rhône-Poulenc
Yvon Briand	Ademe
Lauro Cimolino	Socotec Environnement
Philippe Jalvy	Creed
Jean Souchet	Solvay
Georges Chahine	Ciments Lafarge
Jacques Méhu	Polden
Alain Perez	ELF - Président de Record
Alain Navarro	Directeur Scientifique de Record
Bénédicte Couffignal	Direction Scientifique de Record

DÉROULEMENT DE LA RÉUNION

En raison de l'absence d'Anne-France Didier l'après-midi, il a été décidé de traiter en priorité le programme B le matin et de reporter à l'après-midi les discussions techniques concernant le programme expérimental.

B- Création et animation d'un club européen de réflexion sur la dangerosité des déchets

Après un rappel des objectifs du projet, des résultats très positifs de la réunion du groupe de travail européen du 3 juillet 1996 dans le cadre de la première année et sur la base d'une proposition présentée par POLDEN, un débat a eu lieu concernant les participants potentiels à ce club. Un compromis était à trouver entre un groupe convivial, efficace en terme d'échange, donc restreint et la volonté de ne pas éliminer de la concertation des États membres éventuellement moins avancés sur le sujet.

Les choix suivants ont été faits :

- la première réunion du club, prévue le 20 juin 1997 ne regroupera que des représentants de cinq pays, à savoir, outre la France, le Royaume-Uni et les Pays-Bas (déjà participants l'an dernier), l'Allemagne compte tenu de son poids économique et stratégique en Europe et le Danemark du fait de leur projet de transcription déjà présenté au dernier CAPST ;
- la Direction Scientifique de RECORD sera invitée et représentera seule l'Association ;
- lors de la réunion du comité de pilotage du 30 septembre, il sera décidé si, compte tenu de l'état d'avancement des transcriptions nationales, une extension du club est pertinente pour sa deuxième réunion le 12 février 1998 ;
- les résultats du programme INERIS financé par le Ministère de l'Environnement ne seraient pas présentés le 20 juin mais renvoyés au 12 février après présentation et discussion avec le Ministère de l'Environnement le 30 septembre ;
- l'ensemble des États Membres ainsi que la DG XI seront informés de la création de ce club de réflexion et du lancement des programmes expérimentaux français, et sollicités pour fournir les éléments concernant la situation nationale ;
- à partir des documents communiqués et de contacts directs, POLDEN élaborera un ensemble de fiches techniques en anglais synthétisant les différentes situations nationales. Elles comprendront au minimum les rubriques suivantes :
 - textes réglementaires et législatifs de base concernant la dangerosité des déchets,
 - principes de fonctionnement,
 - état d'avancement de la transcription de la Directive 91/689,
 - liste des déchets dangereux éventuellement amendée,

- principes d'attribution du caractère dangereux,
 - référence éventuelle à des méthodes d'évaluation,
 - projets et ouvertures ;
- un contact rapide sera pris entre POLDEN et Anne-France Didier pour la communication des coordonnées des interlocuteurs préconisés et l'état des transcriptions nationales disponibles.

A- Programme expérimental H14

1- *Choix des déchets et désignation des interlocuteurs RECORD*

Le tableau a été réactualisé et est présenté ci-après. Les changements par rapport au document initial sont les suivants :

- En cas de difficultés pour ELF ATOCHEM de fournir les boues de traitement in-situ des effluents de chimie minérale (06 05 01) celles-ci seraient substituées par des boues d'hydroxydes métalliques issues du traitement de surface, identifiées non explicitement en 11 04 01 également avec double classification. Jacques Méhu vérifiera auprès du Ministère que les BHM sont bien censées être désignées par ce code.
- Les cendres sous chaudière jugées peu répandues et peu significatives sont remplacées d'une part par des cendres volantes de centrale thermique au fuel (10 01 04 00) et d'autre part par des cendres volantes d'électrofiltre d'UIOM (19 01 04 00). On rappelle ici que pour les cendres volantes (hors traitement des fumées) 19 01 03 00 et pour les déchets secs de l'épuration des fumées 19 01 07 00 aucune distinction n'est faite en fonction de l'origine dans le projet de décret (incinération des DIS ou des OM). Cette confusion est aggravée par le fait que le vocable cendres volantes est parfois indistinctement utilisé pour désigner les poussières et les résidus condensés des produits de la neutralisation auxquels ils sont mélangés dans le cas de traitement sec suivi d'une simple filtration. Dans le cadre de ce programme, nous veillerons à ne pas entretenir cette ambiguïté.
- En ce qui concerne les boues provenant du traitement des eaux usées urbaines, la volonté est de disposer de deux boues valorisable et non valorisable. L'ADEME suggère de prendre une boue de l'agro-alimentaire pour la valorisable et POLDEN s'occupera de la non-valorisable.

Les interlocuteurs en charge de localiser le lieu de production et de fournir les coordonnées sont mentionnés dans le tableau ci-après.

↳ Dernière minute

Les six partenaires du programme expérimental européen financé par la DG XII en soutien du Réseau Européen d'Harmonisation des Procédures de Lixiviation/Extraction se sont réunis à Barcelone le jeudi 27 février pour faire le point sur

le lancement des expérimentation¹. Le programme consiste en l'application de 16 tests de lixiviation/extraction provenant du domaine des sols, du déchets et des matériaux à tout ou partie d'un ensemble de 11 types de sols/déchets/matériaux différents.

Le programme porte notamment sur des centres volantes d'UIOM (en provenance du Danemark) et sur des boues de station d'épuration (valorisable et non-valorisable en agriculture) dont les membres du réseau n'ont pas encore choisi la provenance.

Une opportunité est ici à saisir d'établir un pont entre ces deux programmes d'enjeu européen.

Si nous fournissons les boues aux partenaires du réseau et acceptons de recevoir leurs cendres volantes d'UIOM nous pourrions (sans contribution financière supplémentaire) bénéficier pour 3 de nos 13 déchets d'un large programme de lixiviation complémentaire au nôtre et d'une tribune européenne pour la présentation des résultats de notre programme H14.

Il est impératif que nous (POLDEN) soyons en mesure de répondre à cette éventualité dans les plus brefs délais auprès de nos partenaires du réseau.

En conséquence, nous vous demandons de bien vouloir vous positionner et de nous transmettre votre décision dans la semaine qui suivra la réception de ce compte-rendu, à savoir au plus tard le 12 mars.

2- Choix de la technique d'extraction

Afin que la technique utilisée soit la plus cohérente possible avec le contexte européen, le test de base sera la norme expérimentale X30-402 (transcription française du test européen issu des travaux du GT 2 du CEN TC 292). L'option en terme de ratio liquide/solide serait 2 (ou la valeur minimale permettant l'obtention d'une phase liquide) afin d'être le plus prêt possible de l'équilibre chimique.

La question de l'application de ceci aux déchets monolithiques se pose du fait que le projet de test européen vise à évaluer une dynamique de transfert et non pas un équilibre liquide/solide. Deux hypothèses nous semblent envisageables :

- l'application de l'X30-402 après fragmentation à 4 mm ;
- l'application du projet de test monolithique avec prolongation du temps de contact à 24 h.

Le comité de pilotage n'a pas tranché sur ce point. Un appel à commentaires est lancé. Cet aspect des choses devra être tranché au plus tard fin avril. Il pourrait être abordé en prolongation de la réunion des experts "écotox" du 30 avril (voir ci-dessous).

¹ POLDEN est un des six participants.

3- Choix des bio-essais

Plusieurs questions ont été soulevées.

- ① Est-il nécessaire de consacrer une part si importante du budget (150 kF) au test de toxicité chronique sur *Daphnia Magna*, alors que des alternatives moins coûteuses existent ? (Patrice Barbaza, Rhône-Poulenc)

Des alternatives moins coûteuses existent effectivement, en particulier Cerio *Daphnia* 7 jours, mais ce test ne fait pas encore l'unanimité². Toutefois, compte tenu de l'enjeu financier, la décision est prise de se limiter aux tests aigus (*daphnia magna* et *vibrio fisheri*) et algues avant la réunion du comité de pilotage du 30 septembre qui statuera sur le meilleur usage du budget "daphnies chroniques".

Il faut noter ici que pour disposer de l'ensemble des résultats de toxicité aigue + algues sur tous les déchets, cela suppose qu'ils aient tous été prélevés, analysés, lixiviés, envoyés et testés avant fin juillet, ce qui est loin d'être évident. Nous ferons le point sur les données disponibles et en informerons les membres du comité de pilotage au plus tôt.

- ② Ajustement du pH et filtration

Là encore POLDEN avait évoqué auprès de la DG XI et également dans les rapports RECORD précédents, les problèmes posés par ces deux pratiques de laboratoires. Un compromis est à trouver entre d'une part le respect des normes et l'acceptation du côté un peu arbitraire et réducteur de leur application en l'état, et d'autre part la représentativité des résultats.

Le comité de pilotage ne tranche pas et demande sur ce point la tenue d'une réunion d'experts le 30 avril de 9 h 30 à 12 h 30 à Lyon. Les experts seront ceux envoyés par les membres du comité de pilotage ainsi que Denis Savanne de l'ADEME, Yves Perrodin de POLDEN et les représentants des laboratoires d'écotoxicologie qui auront été sollicités pour le programme. Les membres du comité de pilotage qui le souhaitent peuvent faire parvenir à POLDEN la liste des laboratoires avec lesquels ils souhaiteraient travailler.

Sur cette base et en fonction des propres expériences de collaboration de POLDEN, un minimum de laboratoires sera consulté. Compte tenu du caractère stratégique de cette étude, POLDEN se réserve le droit de ne pas systématiquement sélectionner le moins-disant, en privilégiant l'expérience, la compétence et l'assistance possible à interprétation des résultats.

Les commentaires et demandes d'amendement du présent compte-rendu sont à envoyer à POLDEN au plus tard deux semaines après sa réception.

P.J. : plannings prévisionnels pour le programme expérimental et pour le club européen de réflexion.

² POLDEN l'avait déjà proposé en alternative à *Daphnia Magna* chronique, à la DG XI en 1994.

ÉVALUATION DE LA DANGEROUSITÉ DES DÉCHETS INDUSTRIELS

95-106-2A

Deuxième année

Réunion du groupe "écotox" du 24 avril 1997

Participants

M. Féraud - CSE de Metz	Tél : 03 87 75 81 81	Fax : 03 87 75 81 89
M. Garrivier - LSEH de Lyon ¹	Tél : 04 72 72 25 41	Fax : 04 78 72 35 03
Mme Cario - LSEH de Lyon ¹	Tél : 04 72 72 25 41	Fax : 04 78 72 35 03
M. Cimolino - SOCOTEC	Tél : 01 30 12 83 32	Fax : 01 30 12 83 99
M. Perrodin - POLDEN	Tél : 04 78 89 51 65	Fax : 04 72 43 98 66
M. Méhu - POLDEN	Tél : 04 78 89 51 65	Fax : 04 72 43 98 66
Mme Grellier-Volatier	Tél : 04 78 89 51 65	Fax : 04 72 43 98 66

Absent excusé (grève SNCF) :

M. Savanne - ADEME	Tél : 01 47 65 20 00	Fax : 01 40 95 74 53
--------------------	----------------------	----------------------

¹ Successeur de l'Institut Pasteur de Lyon

Dans le cadre de ce programme, nous appliquerons le test français NF T90-320 car la norme ISO à l'état de projet est insatisfaisante et peut encore évoluer. Nous contacterons Laurence Thomas (AFNOR) pour connaître l'état d'avancement de ce projet et la tendance générale : quels sont les États Membres favorables à ce projet ? Le test sera prolongé à 60 minutes avec des observations à 5, 15 et 30 minutes.

2-2- Daphnie 24 h

Référence normative à appliquer : NF EN ISO 6 341

Les daphnies seront élevées directement dans le milieu d'essai pour éviter un changement de milieu et un "stress" supplémentaire.

2-3- Test de croissance sur algues

Références normatives envisagées :
NF EN 28 692
ISO 8 692
NF T90-360 (projet)

Le projet de norme NF T90-360, à l'initiative des Agences de l'Eau, est applicable aux effluents et aux lixiviats, contrairement aux normes NF EN 28 692 et ISO 8 692 qui font référence aux substances. La possibilité de faire des tests en flacons ou micro plaques est également discutée.

Décision : nous appliquerons la norme NF EN 28 692, car il est préférable d'appliquer une norme européenne, en s'écartant le moins possible de la norme : essais en flacons. Toute modification due à l'application d'une norme "substance" aux lixiviats sera clairement explicitée.

3- Préparation des lixiviats pour les bio-essais

3-1- Filtration

Dans le cas du test sur algues, la filtration des lixiviats peut se révéler nécessaire selon la méthode de comptage : électronique ou optique. Pour le test Microtox, la présence de particules peut entraîner une diminution du rendement lumineux par absorption des photons sans que cette diminution soit liée à l'écotoxicité. Plus généralement, la filtration peut poser le problème de l'abattement de la toxicité à cause de la présence de particules ou d'espèces incompatibles (ex. : protozoaires dans le test "algues"). Enfin, l'expérience montre que les bio-essais réalisés sur lixiviats non filtrés sont moins reproductibles.

Décision : malgré les réserves ci-dessus étant donné qu'il est important de prendre en compte, si possible, l'écotoxicité des particules, les bio-essais seront réalisés sur des lixiviats décantés 2 h, non filtrés à 0,45 µm. Les laboratoires feront une filtration à 0,45 µm si et seulement si celle-ci s'avère nécessaire pour des raisons pratiques : impossibilité de mettre en œuvre le test, présence d'espèces incompatibles...

Dans ce cas extrême, cela devra être stipulé sur le rapport d'essai et une analyse sur filtre à 0,45 µm sera effectuée.

3-2- Neutralisation

Ramener le pH dans une certaine fourchette peut engendrer des précipitations. Dans le cas des déchets S/S, sans neutralisation, on risque de conclure à un déchet écotoxique juste à cause du ciment (pH basique).

Décision : pas de neutralisation sauf dans le cas du déchet S/S où on fera un essai sur lixiviat non neutralisé et un essai sur lixiviat neutralisé par ajout de HCl. Une analyse chimique supplémentaire sera réalisée sur le lixiviat neutralisé.

En cas de pH hors de la gamme 5,5-8,5, la norme du test Microtox prévoit de faire un essai supplémentaire en ramenant le pH entre 5,5 et 8,5. Dans ce cas, les deux valeurs seront donc fournies.

3-3- Conservation des échantillons

La conservation des lixiviats est délicate surtout lorsque ceux-ci sont non neutralisés et non filtrés. Par conséquent, il a été décidé de conserver les échantillons en l'état et de réaliser les tests de lixiviation 24 h avant la mise en œuvre des bio-essais. Les lixiviats seront ensuite envoyés dans une glacière.

Pour les tests de longue durée (daphnies chroniques), les lixiviats pourront être envoyés en deux fois. De cette façon, les laboratoires n'auront pas à stocker les lixiviats durant plusieurs jours.

Discussions techniques concernant la mise en œuvre de la lixiviation

Suite à un entretien téléphonique entre Isabelle Martin (France-Déchets) en sa qualité de chef de la délégation française au WG2 du CEN TC 92 et présidente de l'X 30 L, et Jacques Méhu :

1- Tests sur déchets non monolithiques (12 sur 13)

- ils n'existe pas de test de lixiviation normalisé destiné à l'évaluation de l'écotoxicité ;
- de nombreux travaux de recherche ont été conduits avec une grande variété de tests dont les principales variantes sont le ratio L/S, le mode de contact, le temps de contact et la nature de l'extractant ;
- l'extractant le plus utilisé est l'eau déminéralisée. Le recours à d'autres solvants plus agressifs (acides, basiques, organiques) pose le problème de l'écotoxicité du solvant lui-même et de la représentativité de l'agression considérée ;
- le mode de contact le plus proche de la simulation de conditions naturelles serait la percolation lente (analogue à de l'infiltration) avec atteinte de l'équilibre local (un des deux objectifs prioritaires de normalisation du WG6 du CEN TC 292). En l'attente d'un tel test, le mode de contact par agitation en batch reste le plus simple et le plus adaptable à tous types de matrices ;
- le temps de contact doit être suffisant pour atteindre l'équilibre ou au moins pour optimiser l'extraction. Il doit être en étroite relation avec le ration L/S. Dans le cas des sols contenant des fines particules (argile...) des phénomènes de ré-absorption peuvent se produire en conduisant à une baisse de la teneur dans le lixiviat avec le temps ;
- le ratio L/S ne doit pas conduire à une dilution trop importante risquant de conduire à des concentrations en polluants non écotoxiques même dans le lixiviat en l'état (avant dilution dans l'eau de vie des bio-espèces).
- Un ratio L/S trop faible a contrario peut présenter les inconvénients suivants :
 - difficultés de mise en œuvre,
 - nécessité d'utiliser beaucoup de déchet si l'on veut pouvoir disposer de suffisamment de liquide pour les tests,
 - risque d'écrêtage de certaines concentrations en cas de saturation.

Le ratio 10 semble être le meilleur compromis. Il devrait être suffisamment discriminant entre déchets dangereux et non dangereux.

C'est de plus pour cette valeur que l'on dispose du plus grand retour d'expérience, et de valeur indicatives de seuils.

Le risque d'une absence de mesure pour les déchets les plus faiblement écotoxiques est théoriquement assez limité. Toutefois le cas échéant, des lixiviations à très faible L/S pourront être envisagées après examen des premiers résultats lors du comité de pilotage du 30 septembre prochain.

En conclusion, on reste donc sur la proposition existante de la procédure H14, à savoir le test européen CEN TC 292 option 3 LS = 10.

2- Test sur déchets monolithiques (REFIOM S/S)

Le problème spécifique est ici qu'il n'existe pas de test normalisé européen. Le projet actuel fait état d'un rapport L/S extrêmement faible (1,5 en rapport volumique, soit 0,6 comme ratio massique pour une densité des solidifiats de 2,5 !). Dans ces conditions le lixiviat sera très rapidement saturé et les résultats non comparables à ce que l'on obtiendra sur déchets monolithiques. En réalité une assez grande variété de ratio L/S existe dans ce domaine. Le tableau et graph Excel ci-joint font état de ces variantes. Ils vont tous a priori conduire à des lixiviats de différentes concentrations. L'interprétation d'un tel test se fait en général via le relargage cumulé sur une période de temps donnée (mg/kg sur 48 h ou 64 jours) ou via un flux instantané (mg/m²/h). Dans notre cas, c'est directement la concentration en polluants dans le lixiviat qui nous intéresse. Le fait que pour une quantité donnée la surface d'échange soit plus faible que pour un déchet fragmenté est à prendre en compte puisque c'est en soit un des résultats de la solidification. Par conséquent nous proposons de conserver le ratio massique de **10** (comme dans le test français X31-211).

L'autre problème posé par le déchet solidifié est qu'il évolue avec le temps. Pour que les essais chroniques de la deuxième série (daphnie chronique et Aures) soient pratiqués sur des échantillons de même âge que ceux sur lesquels sont pratiqués les bio-essais de la première série (microtox, daphnies 24 h et algues), nous proposons de pratiquer tous les tests en même temps c'est-à-dire en juin. Cela suppose d'anticiper les résultats de la première série (puisque théoriquement la deuxième série ne devraient être pratiquée qu'en cas de non réponse à la première). Compte-tenu du ratio L/S relativement élevé, nous pensons que les déchets solidifiés feront probablement partie des moins écotoxiques.

Ces résultats seront donc théoriquement disponibles pour la deuxième réunion du groupe de travail Ecotox qui aura lieu le 12 septembre de 14 h à 17 h chez POLDEN, et bien sûr pour la réunion du comité de pilotage du 30 septembre.

**APPLICATION AND HARMONIZATION OF WASTE HAZARDOUS PROPERTIES
IN DIFFERENT MEMBER STATES OF EUROPEAN UNION**

Minutes of the meeting held in Paris on the 3rd of July 1997

- Presentation of POLDEN, Association RE.CO.R.D. and discussion.
- Presentation of the background and subject of the collaboration between the French Ministry, Association RE.CO.R.D. and POLDEN INSA Lyon (Jacques Méhu - POLDEN) (see annex 1).
- Presentation of study conducted by POLDEN on H14 for the Commission (DG XI).
- Roll call of participants ; presentation of the way the various Ministries are working. Jacques Méhu asked the participants to supply POLDEN with a brief presentation of their Ministry including the share of responsibilities concerning waste classification in their country.

Discussion on the implementation of the delisting process mentioned in Decision 94/904/EC :

- **France** did not implement it ;
- **Germany** enforced it without provision for the way to apply it. In Germany, the waste classification is determined at the Landers level on the basis of a common federal list. Delisting exists only at landers level without referring to the 14 criteria, it just depends on experience. Furthermore a hazardous waste can be delisted only if it is valorized. In case of incineration, a waste having a PCI of at least 11 kJ is considered as "valorized" and then can be delisted. In Germany, there is no real interest in delisting because :
 - in the past years, they had high taxes on waste (up to 200 DM) but now these taxes are decreasing because there are more disposal sites (specially underground mining) than waste to put in ;
 - there is a lot of in situ disposal sites for which the distinction between hazardous and non hazardous waste is useless ;
 - for external disposal sites, the levels of requierements for hazardous waste and municipal solid waste incineration are equivalent ; the price for landfilling is almost of the same level for both types of waste.
- **The Netherlands** enforced it with specific parameters (based on total content) presented last year (see annex 2) ;

- **Austria** is officially composed of nine provinces. These provinces only have the authority on non hazardous waste but the Ministry can not have direct influence on local authorities even in case of hazardous waste management.

Austria enforced the delisting process and is preparing a regulation to allow the industrialists to determine on the basis of documentary evidence provided in an appropriate way that a specific waste on the list does not display any of the properties listed in Annex III to Directive 91/689/EEC.

Method for delisting : hazard characteristics are related either to the ADR or to the chemical law.

H14 criteria :

- 10 % of classified "ecotoxic" substances ;
- CFC and other similar compounds

H13 criteria :

- content of inorganic substances ;
- content of organic substances ;
- content in leachate (LS 10) or liquid phase.

HWL will not be implemented before 2000 because of their software with 5 digit. They intend to change it next year.

They also want to wait for HWL improvement. They just have sent to the Commission a draft for the extension of EWC and HWL.

- In **Germany** and in **Austria** : delisting is allowed according to the process to support clean technologies (in Austria : there are various processes for lead secondary industry leading to various slag). Moreover they want to be pragmatic.
- **Belgium** (Wallonie) : in a new draft regulation establishing a waste catalog, the possibility of delisting a waste is mentionned art 4 (if it doesn't display any of the 14 properties of annex III or as far as H3 to H8 are concerned any characteristics mentionned art 3-2a). Art 5 mentions that characteristics must be evaluated by agreed laboratory without reference to specific method.
- Participants said the exchange of information was fruitful and helpful for the forthcoming meeting with the Commission. They agreed on the principle of a next meeting on February 12 1998.
- Jacques Méhu close the meeting, thanking all experts for their very kind participation.

MEETING

Subject of the meeting : Application of Hazardous criteria in different Member States	
Date : 3 July 1997	Time : 10 am

Name	Country	Organism	Phone	Fax
M. Wagner	G	Federal Ministry for Environment	49 228 305 2591	49 228 305 2398
Jeroen van der Waal	NL	Ministry of Environment	31 70 339 43 57	31 70 339 1286
Andreas Moser	A	Ministry of Environment, Youth and Family	43 1 515 22 3521	43 1 515 22 3003
Valérie Pécheux	B	Ministère de la Région Wallonne	32 81 32 56 78	32 81 32 57 75
Jean-Yves Mercier	B	Ministère de la Région Wallonne. Office Wallon des déchets	32 81 38 58 64	32 81 32 57 75
Bénédicte Couffignal	F	RE.CO.R.D	33 (0)4 72 43 81 88	33 (0)4 72 44 07 32
Philippe Samuel	F	Ministry of Environment	33 (0)1 42 19 20 21	33 (0)1 42 19 14 68
Anne-France Didier	F	Ministry of Environment	33 (0)1 42 19 15 49	33 (0)1 42 19 14 68
Jacques Méhu	F	POLDEN	33 (0)4 78 89 51 65	33 (0)4 72 43 98 66

ÉVALUATION DE LA DANGEROUSITÉ DES DÉCHETS INDUSTRIELS

Étude 97-106-2A

**Compte-rendu de la réunion du groupe de travail sur
l'écotoxicité des déchets le 12 septembre 1997**

Participants :

J-F Féraud

F. Garrivier

Y. Perrodin

J. Méhu

L. Grellier-Volatie

OBJECTIF

Exploitation des résultats des bio-essais sur daphnies (24 h), algues (72 h) et du test Microtox (5 à 60 minutes) avec deux objectifs :

- analyse critique des résultats absolus et relatifs ;
- proposition pour la suite du programme expérimental au vu des premiers résultats.

INFORMATION

Le Ministère de l'Environnement⁽¹⁾ travaille actuellement sur la transcription en droit national de la Directive 91/689/CEE relative aux déchets dangereux.

Dans ce cadre, un sous-groupe de travail a été constitué afin de définir une procédure d'évaluation du critère H14 "écotoxique" mentionné en annexe III de la Directive 96/689/CEE.

La procédure proposée repose sur un arbre décisionnel comportant des analyses chimiques facultatives ainsi qu'une batterie de bio-essais. Notons que l'ensemble des bio-essais mis en œuvre dans le programme H14 de RE.CO.R.D. figure dans la procédure proposée par le Ministère à l'exception du test d'Ames.

Par ailleurs, la procédure H14 du Ministère comporte des tests sur matrices solides : vers de terre et plantes.

PRÉSENTATION DES RÉSULTATS

- Transparents préparés par M. Garrivier (LSEH) : T1 à T6 ;
- transparents préparés par POLDEN : T

⁽¹⁾ Dossier suivi par Philippe Samuel

PROPOSITION POUR LA SUITE DU PROGRAMME

- > Analyses sur lixiviats filtrés à 100 µm
- > Tests d'écotoxicité aiguë et semi-chronique sur lixiviats filtrés à 0,45 µm :
 - Microtox,
 - Daphnie 24 h,
 - Algues.
- > Test chronique (Cério Daphnia 7 jours) sur les déchets ayant la toxicité la plus faible vis-à-vis des bio-essais de la phase 1
- > Tests d'Ames
- > Bio-essais sur matrices solides : vers de terre et plantes
- > Étendre la gamme de déchets : nouveaux prélèvements de MIOM V, cendres volantes d'UIOM, cendres volantes de fuel
- > Étude de corrélation entre les résultats des bio-essais et l'analyse chimique → ACP

ÉVALUATION DE LA DANGÉROSITÉ DES DÉCHETS INDUSTRIELS

Étude 97-106-2A

**Compte-rendu de la réunion intermédiaire
du comité de pilotage le 07 octobre 1997**

I- PARTICIPANTS

Voir feuille de présence en annexe 1.

II- DÉROULEMENT DE LA RÉUNION

1- Présentation générale de l'étude

Transparents : T1 à T5. Copie des transparents en annexe 2.

2- Présentation des travaux du Ministère de l'Environnement

Le Ministère travaille actuellement sur l'élaboration d'un arrêté d'application¹ du décret 97-517 du 15 mai 1997 relatif à la classification des déchets dangereux. Dans ce cadre, trois groupes de travail ont été constitués :

- **groupe 1** : propriétés de danger physico-chimique H1, H2, H3. Ce groupe est constitué par des représentants de l'INERIS, de l'INRS, de l'ADEME et du Ministère de l'Agriculture.
- **groupe 2** : propriétés de danger toxicologique H4 à H12. Ce groupe est constitué par des représentants de l'INRS, de l'ADEME, du Ministère de la Santé et du Ministère de l'Environnement.
- **groupe 3** : propriété de danger écotoxique H14. Ce groupe est constitué par des représentants de l'INERIS, de l'ADEME, du Ministère de l'Environnement et de POLDEN.

La publication de cet arrêté est prévue pour le 1^{er} janvier 1998. Dans un premier temps, il concernera uniquement les critères de danger pour lesquels les réflexions sont les plus avancées. Ainsi, il ne portera pas sur les critères H10 (tératogène), H11 (mutagène) et H13 (substances et préparations susceptibles, après élimination, de donner...) qui sont les plus délicats.

A l'issue des réflexions du groupe de travail du Ministère sur l'écotoxicité des déchets (H14), un premier projet de document a été rédigé². La méthodologie proposée consiste à réaliser une évaluation de l'écotoxicité des déchets, soit par des analyses chimiques, soit par des tests d'écotoxicité :

- analyses chimiques sur lixiviats,
- analyses chimiques sur matrices solides,
- tests d'écotoxicité aiguë sur lixiviats : Microtox, Daphnie, Algue,

¹ Affaire suivie par Philippe SAMUEL.

² Document distribué par Anne-France DIDIER au cours de la réunion.

- test d'écotoxicité chronique sur lixiviats : Daphnie 21 jours ou 7 jours,
- tests d'écotoxicité sur matrices solides : vers de terre et plantes.

Le principe de cette méthode d'évaluation est présentée page suivante. Notons que les résultats des bio-essais priment sur l'analyse chimique.

Remarque

La liste des déchets dangereux fournie en annexe du décret 97-517 est une liste ferme : le déclassement d'un déchet n'est pas envisageable pour l'instant, car la France n'a pas transcrit le "considérant" de la décision 94/904. Par contre, un déchet pourra être ajouté à la liste si sa dangerosité est démontré sur la base des 14 critères de danger. Le déclassement d'un déchet sera probablement envisageable après transcription des futurs amendements européens à la liste des déchets dangereux.

Complémentarité entre les travaux du Ministère et ceux de POLDEN

Anne-France Didier et Jacques Méhu répondent à l'interrogation de plusieurs membres du comité de pilotage (M. Souchet, M. Cros...) et réaffirment la synergie RE.CO.R.D./Ministère. Il n'y a ni conflit d'intérêt ni incohérence. Les tests proposés par le groupe de travail du Ministère (dont POLDEN fait bien sûr partie, à la fois pour assurer la cohérence du projet français avec le document remis à la DGXI en 1994 et le programme RE.CO.R.D., et également pour être le porte-parole des résultats du programme), en complément de ceux du programme RE.CO.R.D. (tests sur matrices solides) avaient déjà été proposés par POLDEN en 1994. Par contre POLDEN avait jugé qu'il n'existait pas un consensus européen sur leur applicabilité aux déchets, et les avaient exclus de la procédure minimale en les réservant pour la procédure approfondie qui restait à valider au plan européen (Phase II du projet proposé à la DGXII par le groupement AFNOR/INERIS/POLDEN/IRH et jugé trop coûteux par la commission).

Les membres du groupe de travail porteur de ces tests, en l'occurrence l'INERIS ont très probablement progressé dans l'application de ces tests aux déchets ne serait ce que dans le cadre du programme ADEME Écotox, ce qui justifie leur présence dans le cas de non réponse aux tests précédents.

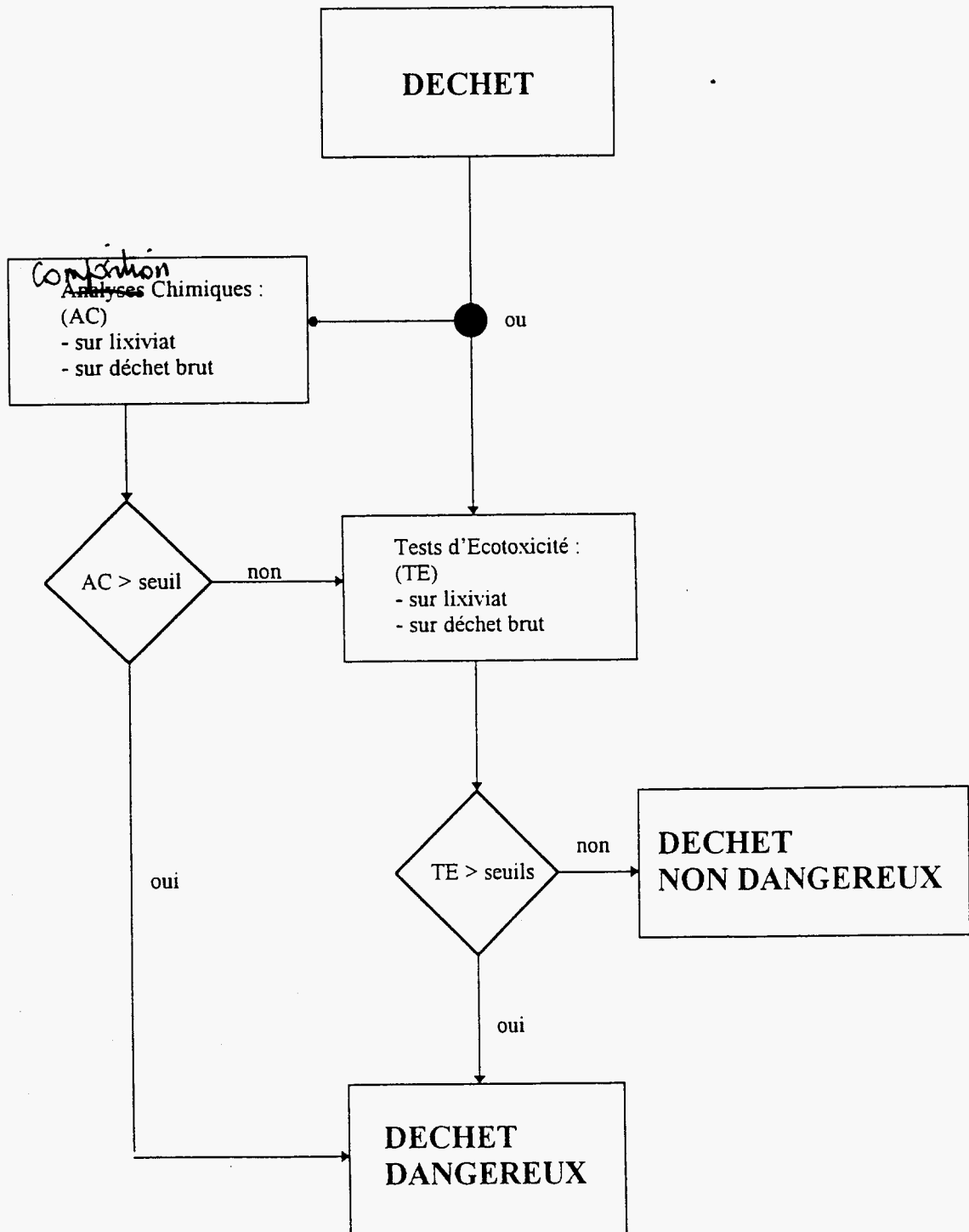
En ce qui concerne le test d'Ames, POLDEN l'avait également retiré de la procédure européenne pour cause de redondance avec H11. C'est Denis Savanne de l'ADEME qui avait suggéré de le rajouter au programme RE.CO.R.D.

Quant aux seuils, le groupe de travail n'a fait que reprendre les résultats des consultations d'experts en 1994. Ces seuils émanaient d'expériences conduites sur lixiviat filtré à 0,45 µ et le fait qu'ils se révèlent pénalisant pour des lixiviats filtrés à 100 µ n'est pas surprenant.

POLDEN avait demandé au Ministère de différer le choix des seuils après les résultats du programme RE.CO.R.D., mais Anne-France Didier a expliqué qu'elle devait disposer d'un texte complet pour le soumettre à la Commission Ecotoxicologie. Elle s'est engagée à tenir compte des résultats du programme RE.CO.R.D. dans l'établissement des seuils définitifs.

DIAGRAMME n°1 :

**PROPOSITION METHODOLOGIQUE
POUR L'EVALUATION DE L'ECOTOXICITE DES DECHETS**



Cas particulier : si AC > seuils et TE < seuils, le déchet est classé comme non dangereux pour l'environnement

Source: Critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets ; Ministère de l'Environnement (septembre 1997).

3- Présentation des résultats intermédiaires de l'étude

Transparents 6 à 14 + transparents 15 et 16 préparés à la demande du comité de pilotage.

4- Discussions et décisions

- Opérations effectuées sur les douze déchets prélevés (PHASE 1)

> Analyses chimiques sur :

- matrices solides,
- lixiviats filtrés à 0,45 µm,
- lixiviats filtrés à 100 µm (en cours).

> Bio-essais sur lixiviats filtrés à 100 µm :

- Microtox à pH réel et ajusté³,
- Daphnies 24 h à pH réel,
- Algues à pH réel.

- Poursuites possibles du programme (PHASE 2)

		BIO-ESSAIS SUR LIXIVIATS				
		MICROTOX	DAPHNIES 24H	ALGUES	DAPHNIES 7 J	AMES
Lixiviats filtrés à 0,45 µm	pH réel	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?
	pH ajusté	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?
Lixiviats filtrés à 100 µm	pH réel	Phase 1	Phase 1	Phase 1	Phase 2 ?	Phase 2 ?
	pH ajusté	Phase 1	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?	Phase 2 ?

BIO-ESSAIS SUR MATRICES SOLIDES : PLANTE → PHASE 2 ?
VERS DE TERRE → PHASE 2 ?

AUTRE POSSIBILITÉ : Extension de la gamme de déchets pour enrichir les résultats de la phase 1

³ Ajustement du pH à la borne la plus proche de la fourchette 5,5-8,5.

- Priorités du comité de pilotage (tour de table)

- Tests sur lixiviats filtrés à 0,45 µm :

- Microtox à pH réel **et** ajusté si nécessaire,
- Daphnies 24 h à pH réel,
- Algues à pH réel.
- Daphnie chronique à pH réel **ou** ajusté si nécessaire.

- Test sur lixiviats filtrés à 100 µm :

- Daphnie chronique à pH réel **ou** ajusté si nécessaire.

- Test sur matrices solides :

- Vers de terre,
- plantes.

Remarque : ajustement du pH après dilution et non pas sur lixiviats bruts.

- Choix des déchets : tour de table pour sélectionner trois déchets selon les critères suivants :

- dangerosité "a priori" différente : inerte/non dangereux/dangereux,
- importance des tonnages annuellement produits,
- toxicité la plus faible à l'issue des bio-essais de la phase 1.

Nous n'avons pas pris en compte les déchets étudiés par ailleurs ou susceptibles de l'être : boues de STEP, REFIOM, MIOM...

Les déchets sélectionnés par le comité de pilotage sont :

- les cendres volantes de fuel,
- les laitiers de hauts-fourneaux,
- le gâteau de filtration de la pharmacie **ou** la boue industrielle (Al(OH)₃).

5- Point financier

5-1- Calcul du budget disponible pour la fin du programme

- Budget restant de la première phase (12 déchets ont été expérimentés au lieu de 13)

échantillonnage	[- 0,5 jour "ingénieur", soit 1 950 F HT
		- 2 jours "technicien", soit 5 800 F HT
sous-échantillonnage		- Analyses sur matrice solide, soit 5 500 F
		- Analyses sur lixiviat, soit 3 500 F
		- 1 lixiviation, soit 1 000 F

Total **17 750 F HT**

- Budget de la deuxième phase : 200 000 F HT
- **Budget disponible** : 200 000 + 17 750 = **217 750 F HT**

5-2- Coût des analyses et bio-essais décidés par le comité de pilotage (voir chapitre 4 du compte-rendu)

	Opérations	Coût/éch. (HT)	Nombre d'éch.	Coût total (HT)
BIO-ESSAIS	Microtox/Algues/Daphnies sur lixiviats filtrés à 0,45 µm	6 000	3	18 000
	Daphnie chronique sur lixiviats filtrés à 0,45 µm	16 000	3	48 000
	Daphnie chronique sur lixiviats filtrés à 100 µm	16 000	3	48 000
	Bio-essais sur matrices solides (plantes et vers de terre)	12 000*	3	36 000
	Analyses chimiques des particules (0,45-100 µm)	5 000	12	60 000
	Lixiviation	1 000	6**	6 000
	TOTAL			216 000 F HT

* Prix négocié avec l'INERIS

** Le test chronique sur daphnie nécessite deux lixiviations (problème de conservation du lixiviat au cours du test).

ANNEXE 1

Feuille de présence

FEUILLE DE PRÉSENCE

Objet de la réunion : Etude RECORD 95/106/2A	
Date : 4/10/94 - Réunion intermédiaire	Heure : 10h - 17h Salle INSAVALOR

Nom	Organisme	Téléphone	Télécopie
d BÉDU	Ciments de Gbaury	065 135 8680	065 135 8205
J.-P. CROS	BELGIQUE EIP Atochem	01-49-00-71-07	— 80-86
P. LENAIRE	EIP - Atochem	02-47-59-13-66	01-87-59-14-65
J.P. NÉCHIN / par P. SALVY.	(KEF)	01.30.42.48.98	01.74.78.67.97
A. REBOIS	Gas de France	0149 22 5798	0149 22 5375
J. SOUCHET	SOLVAY	02.40.75.80.93	01.42.89.99.56.
B. COUFFIGNAL	RECORD	04.72.43.81.88	04.72.44.07.32
G. CHAHINE	Laforge Ciments	0149114315	0149114360
J.F. FERARD	CSB - Univ. Metz	03.87.75.81.81	03.87.75.81.89
A.F. DIDIER	Ministère Envr	0142191549	0142191468
G. LABOUR	Secrétariat Environnement Paris	01 30 12 8350	01 30 12 8379.
J. MARTIN	France Déchets	01 30 981193	01 30 981276.
P. BARBAZA	RHONE-POULENC SA	0147680696	— -2915
A. NAVARRO	RECORD /		
L. GRELIER-VOLATIER	POLDEN		
J. DENU	4		

ANNEXE 2

Transparents présentés (T1 à T14)

et

Transparents préparés à la demande du comité de pilotage (T15 et T16)

REUNION INTERMEDIAIRE DU 7/10/97

ORDRE DU JOUR

1- Présentation générale de l'étude

2- Conditions de mise en œuvre des bio-essais

3- Caractéristiques des résultats des trois bio-essais :

- discriminance
- sensibilité
- gamme de variation

4- Résultats globaux

5- Résultats par type de test

6- Conclusion intermédiaire

➔ DISCUSSION

➔ DECISION SUR LA POURSUITE DU PROGRAMME

PLANNING GÉNÉRAL DE L'ÉTUDE

ÉTAPES DU PROGRAMME	1997												1998		
	Fév	Mars	Avr	Mai	Juin	Juil	Août	Sep	Oct	Nov	Déc	Jan	Fév	Mars	
Réunion de lancement (comité de pilotage)	25/02														
Réunion n°1 du groupe "écotoxicité"			24/04												
<i>Réunion n°1 du club de réflexion</i>						03/07									
Réunion n°2 du groupe "écotoxicité"								12/09							
Réunion intermédiaire du comité de pilotage									07/10						
<i>Réunion n°2 du club de réflexion</i>													12/02		
Réunion de clôture avec le comité de pilotage													26/02		

PRINCIPE & ORGANISATION DU PROGRAMME

- ➔ Application de la procédure H14 "POLDEN-RE.CO.R.D." sur un panel de 12 déchets
- ➔ Procédure H14 "POLDEN-RE.CO.R.D." : 1ère phase
 - ◆ Analyses chimiques sur matrices solides et lixiviats filtrés à 0,45 µm (analyses sur lixiviats filtrés à 100 µm en cours)
 - ◆ Bio-essais sur lixiviats :

. Test Daphnies 24h	
. Test Microtox 5, 15, 30 voire 60 min	
. Test Algues 72 h	
- ➔ Poursuites possibles du programme :
 - ◆ Tests chronique (Cério 7j) et génotoxique (Ames)
 - ◆ Adaptation du programme à la démarche du Ministère : Bio-essais sur matrices solides
 - ◆ Bio-essais de la première phase sur lixiviats filtrés à 0,45 µm
 - ◆ Extension de la gamme des déchets

DÉCHETS ÉTUDIÉS

DÉCHETS	Projet de Décret sur les différentes catégories de déchets - PDCD	Décision 94/904/CE	DÉCHETS PRÉLEVÉS
(désignation PDCD)	Code Classification	Classification	
Boue à caractère dangereux provenant du traitement in situ des effluents (chimie minérale)	D-DIS	(-)	non prélevé*
Boue à caractère non dangereux provenant du traitement in situ des effluents (chimie minérale)	M	(-)	Boue d'hydroxide d'aluminium
Autre gâteau de filtration et absorbant usé (pharmacie)	D-DIS	D	Gâteau de la pharmacie
Laitiers de hauts-fourneaux	I	(-)	Laitiers cristallisés
Mâchefer de déchets ménagers et assimilés de catégorie V	M	(-)	MIOM généralement "V" et parfois "M" à cause de la fraction soluble
Mâchefer de déchets ménagers et assimilés de catégorie S	M	(-)	MIOM généralement "S" à cause du COT
Cendres volantes de fuel	D-DIS	D	Cendres volantes de fuel
Cendres volantes d'UIOM	D-DIS	D	Réseau européen d'harmonisation des procédures de lixiviation/extraction
Déchets secs de l'épuration des fumées	D-DIS	D	REFIOM semi-humide & REFIDI sec
Déchet industriel spécial stabilisé/solidifié avec un liant hydraulique	D-DIS	(-)	REFIOM semi-humide S/S avec un liant hydraulique
Boues provenant du traitement des eaux usées urbaines	M	(-)	Boue liquide rurale valorisée en agriculture & Gâteau de filtration (centrifugation) d'une boue urbaine non valorisée

D-DIS : dangereux d'origine industrielle
M : assimilés ménagers

UIOM : Usine d'Incinération d'Ordures Ménagères
I : inertes

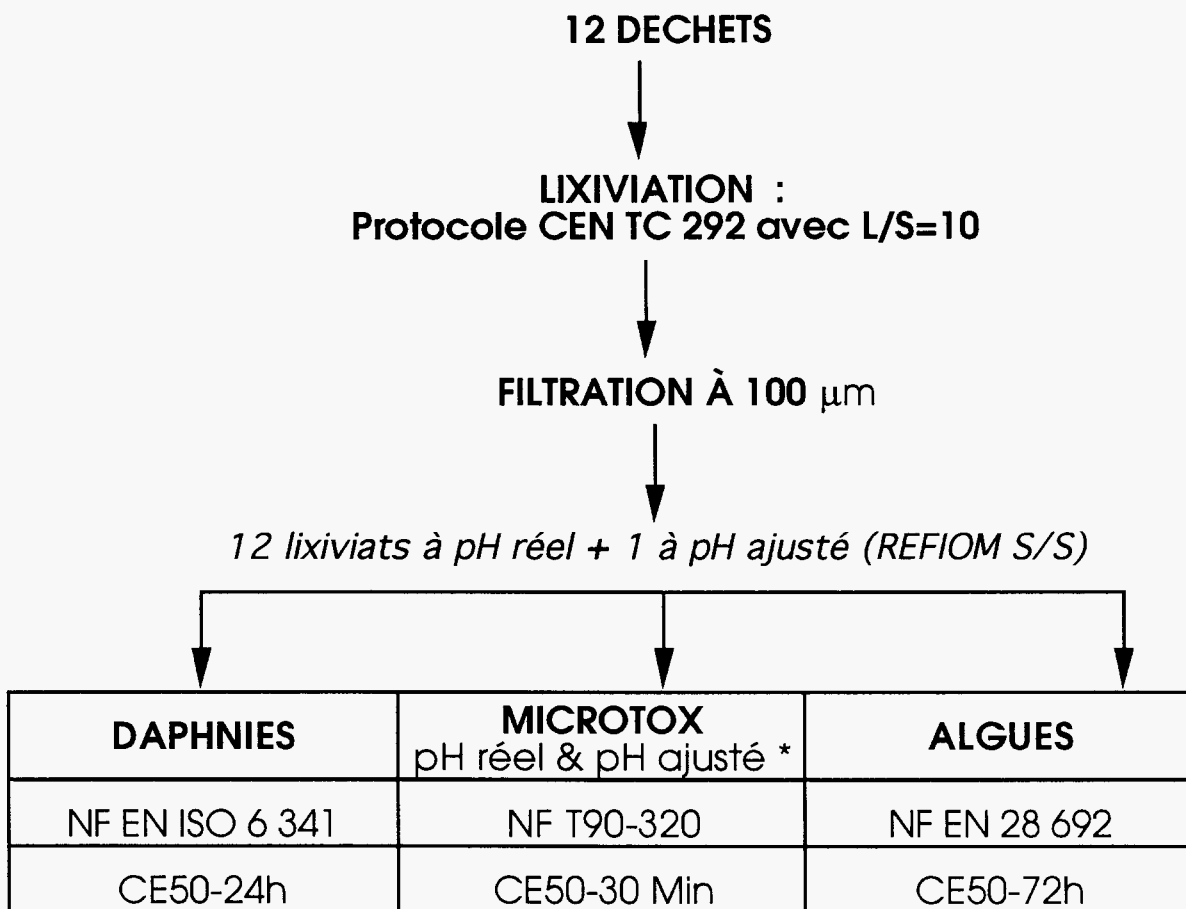
PLANNING DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

- | | |
|--|-------------------|
| 1- ÉCHANTILLONNAGE ET SOUS-ÉCHANTILLONNAGE DES DÉCHETS : | avril - mai 97 |
| 2- 1ère SÉRIE DE BIO-ESSAIS (Daphnies, Microtox et Algues) : | juin 97 |
| 3- ANALYSES CHIMIQUES SUR MATRICES SOLIDES ET LIXIVIATS : | juillet - août 97 |
| 4- FIN DU PROGRAMME | 20 décembre 97 |

DÉLAI POUR LA SUITE DU PROGRAMME : 8 octobre ➔ 20 décembre 97, soit environ 2 mois

Tenir compte de ce délai et du budget existant dans le choix des options pour la poursuite du programme !

MISE EN ŒUVRE DES BIO-ESSAIS

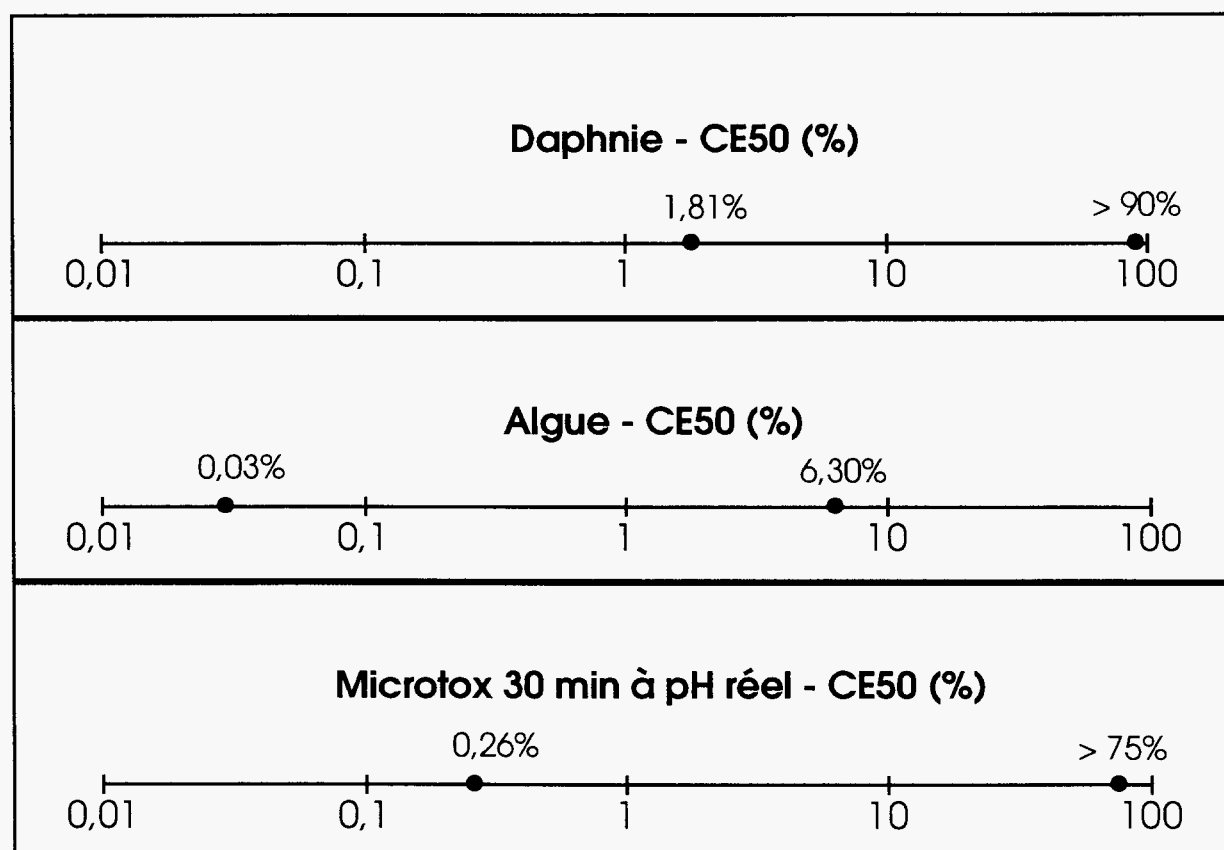


* le cas échéant (cf norme)

CARACTÉRISTIQUES DES RÉSULTATS DES TROIS TESTS BIOLOGIQUES UTILISÉS

	CE50 minimale Sensibilité	Gamme de variation
Daphnie	1,81	55,2
Microtox	0,26	385
Algue	0,03	210

GAMME DE VARIATION DES RÉPONSES (échelle LOG)



CARACTÉRISTIQUES DES RÉSULTATS DES TROIS TESTS BIOLOGIQUES UTILISÉS

	CE50 minimale Sensibilité	Gamme de variation	Discriminance
Daphnie	1,81	49,7	3 groupes
Microtox	0,26	385	4 groupes
Algue	0,03	210	3 groupes

DISPERSION DES RÉPONSES ÉCOTOXIQUES

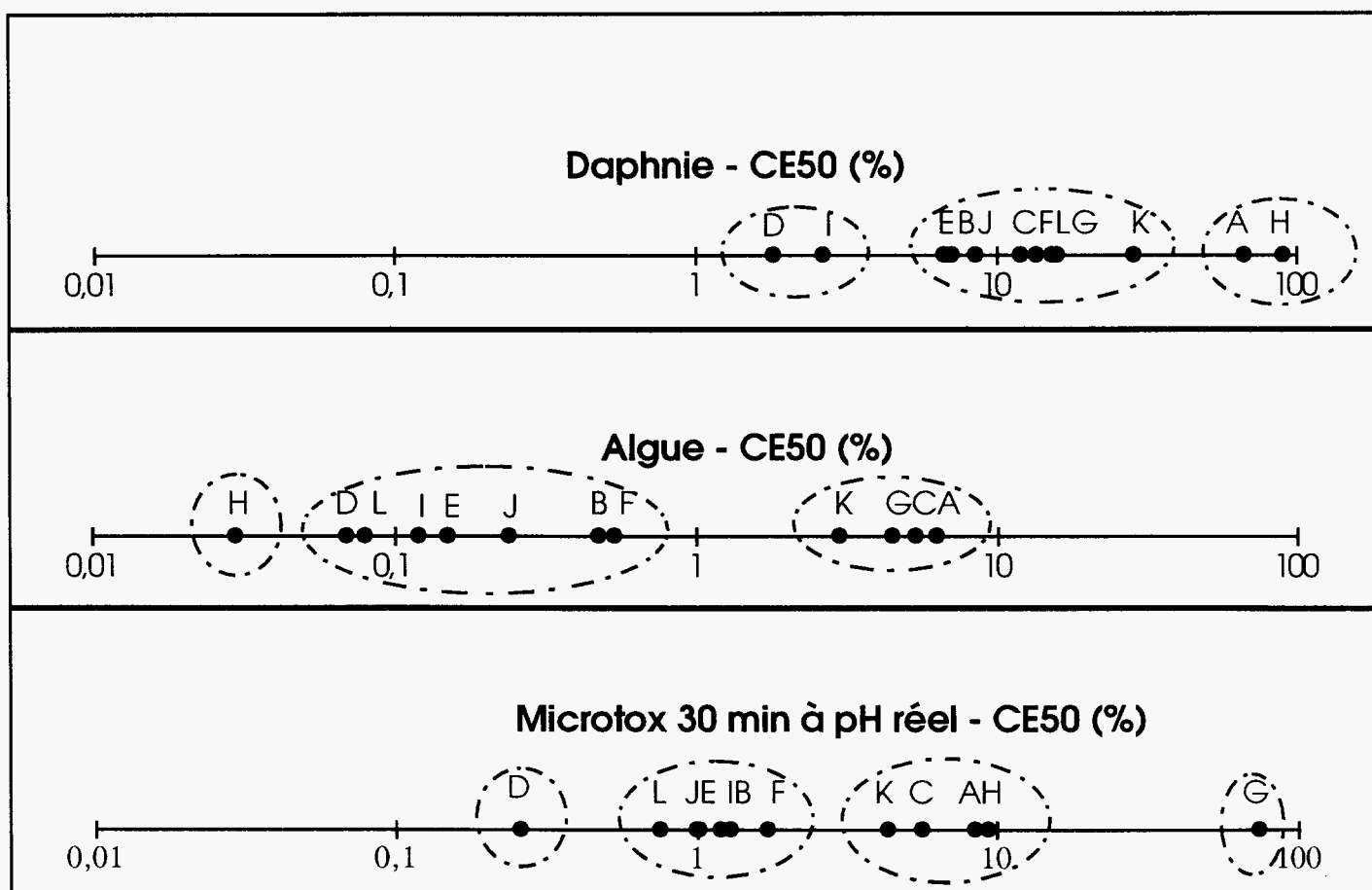
		DISCRIMINANCE
DAPHNIE	DI	++
ALGUE	H	++
MICROTOX	D	+++
	E B J C F L G K	
	A H	
	D L I E J B F	
	K G C A	
	L J E I B F	
	K C A H	G

CARACTÉRISTIQUES DES RÉSULTATS DES TROIS TESTS BIOLOGIQUES UTILISÉS

	CE50 minimale Sensibilité	Gamme de variation	Discriminance
Daphnie	1,81	49,7	3 groupes
Microtox	0,26	385	4 groupes
Algues	0,03	210	3 groupes

DISCRIMINANCE ET GAMME DE VARIATION DES RÉPONSES

(échelle LOG)



17
(transparent couleur)

— Daphnie (24h) — Microtox (30') à pH réel — Algue (72 h)

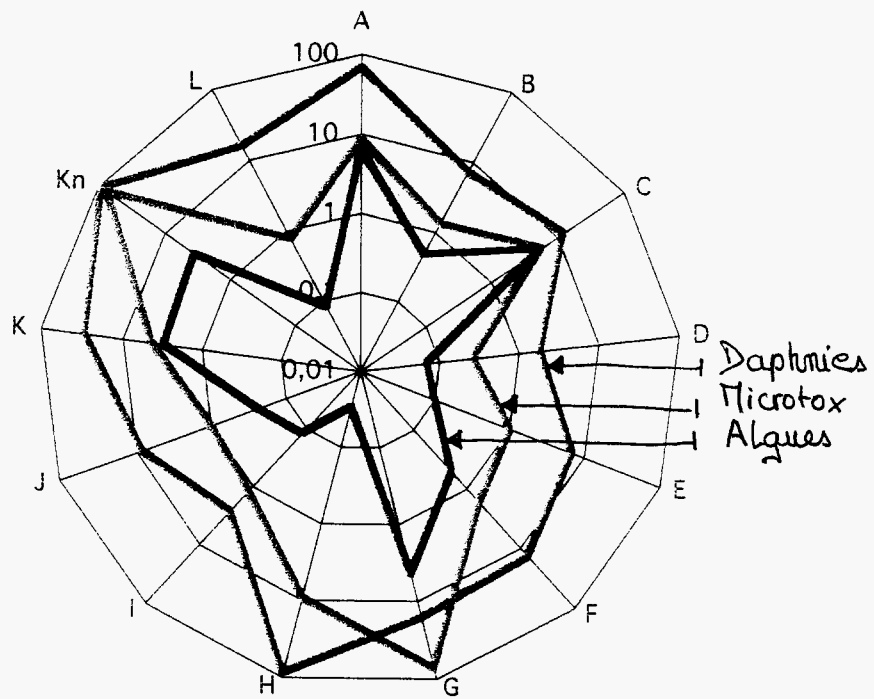


Figure 1 : Vision globale des réponses écotoxiques vis-à-vis des tests sur daphnies, algues et du test Microtox à pH réel - CE50 en %

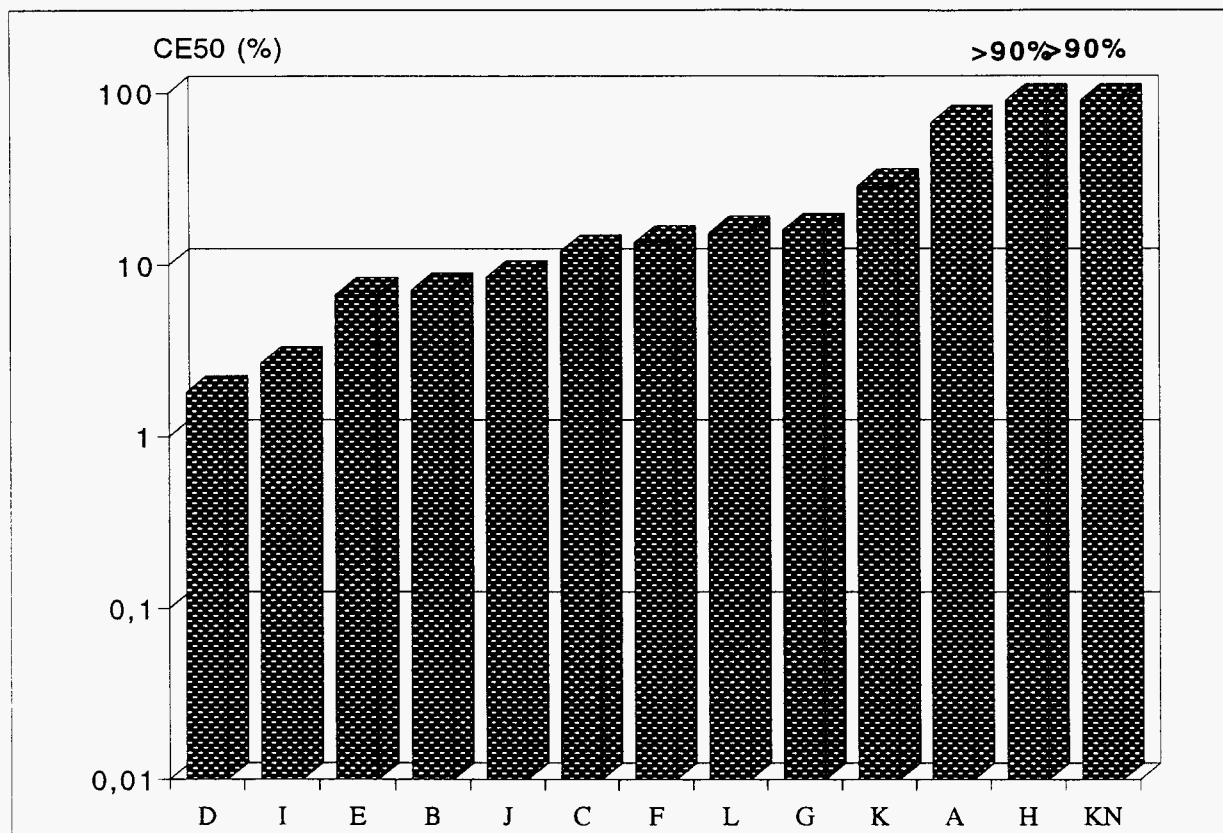


Figure 2.1 : Dispersion des résultats au sein du test daphnie

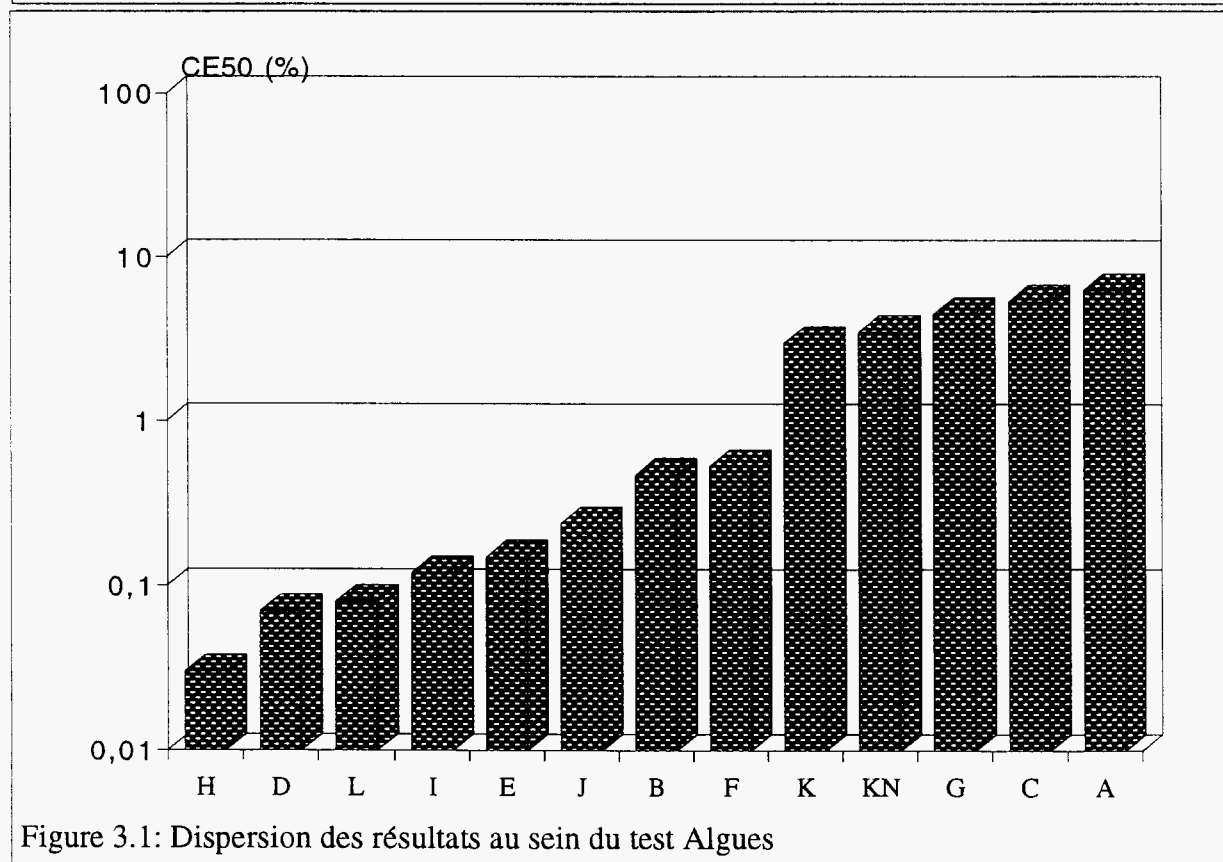


Figure 3.1: Dispersion des résultats au sein du test Algues

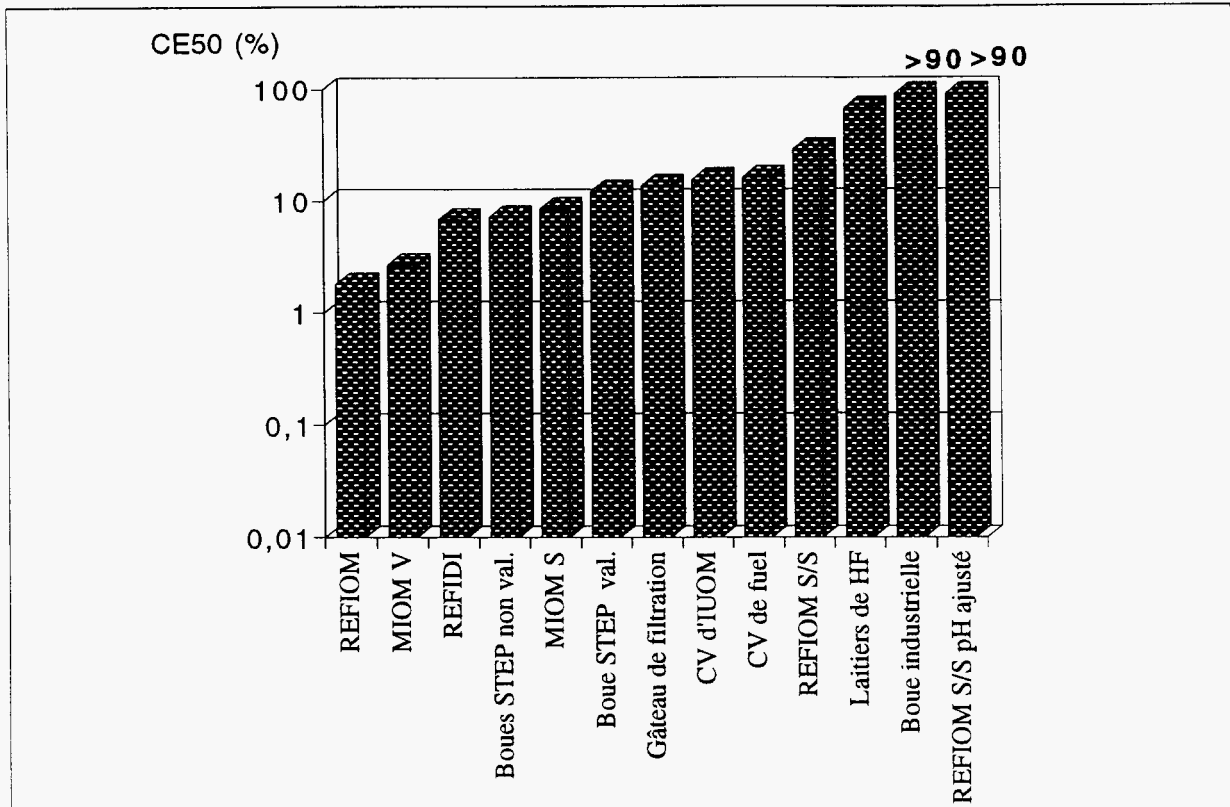


Figure 2.2 : Dispersion des résultats au sein du test daphnie

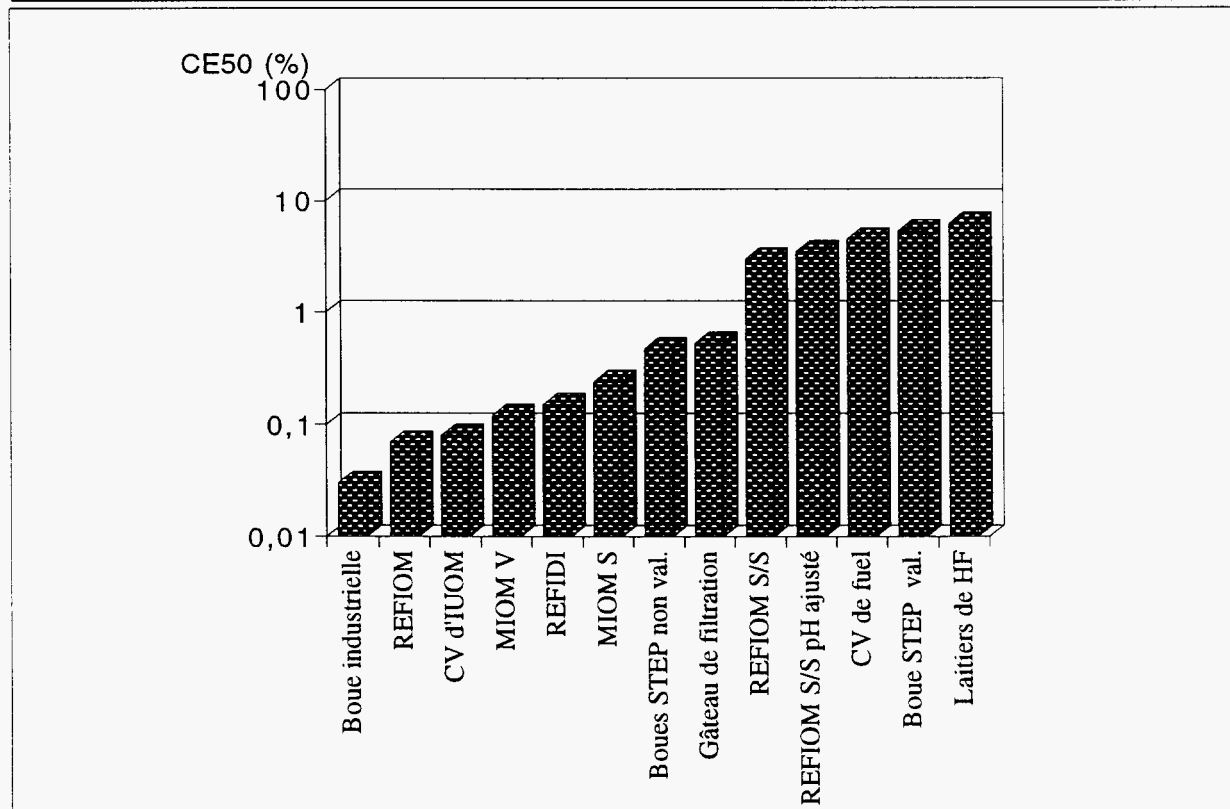


Figure 3.2: Dispersion des résultats au sein du test Algues

(transparent couleur)

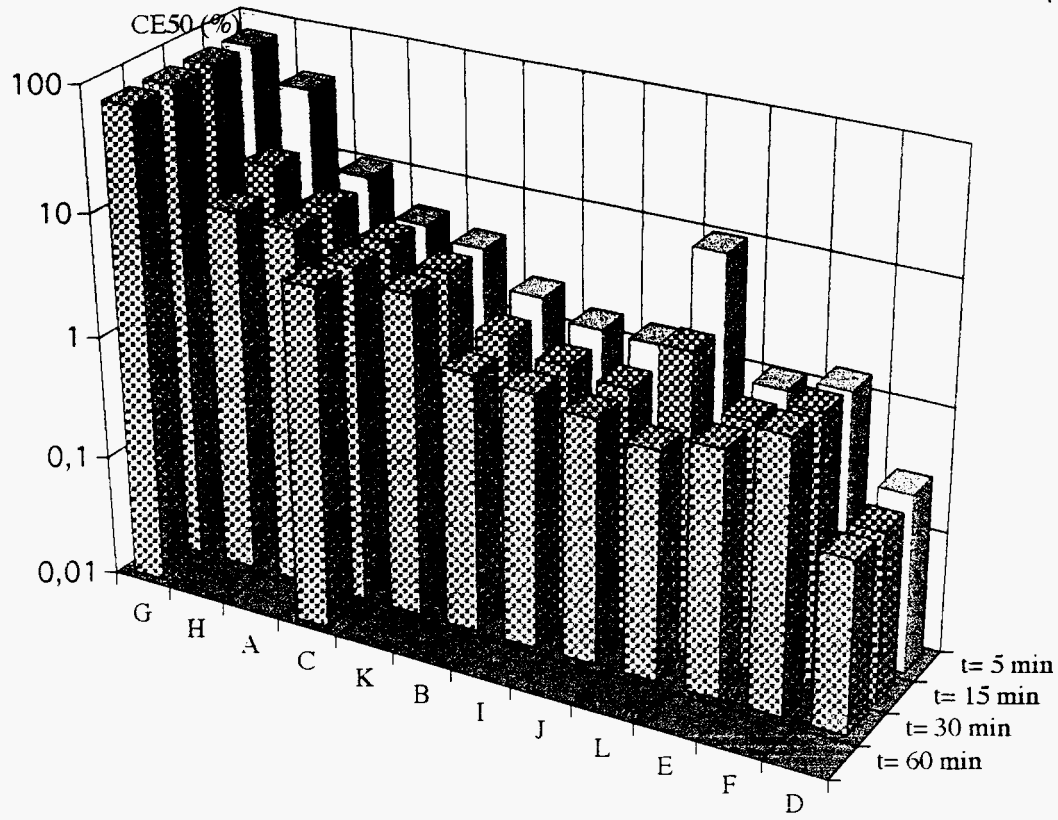


Figure 4 : Test Microtox sur lixiviats à pH non ajusté - CE50 en%

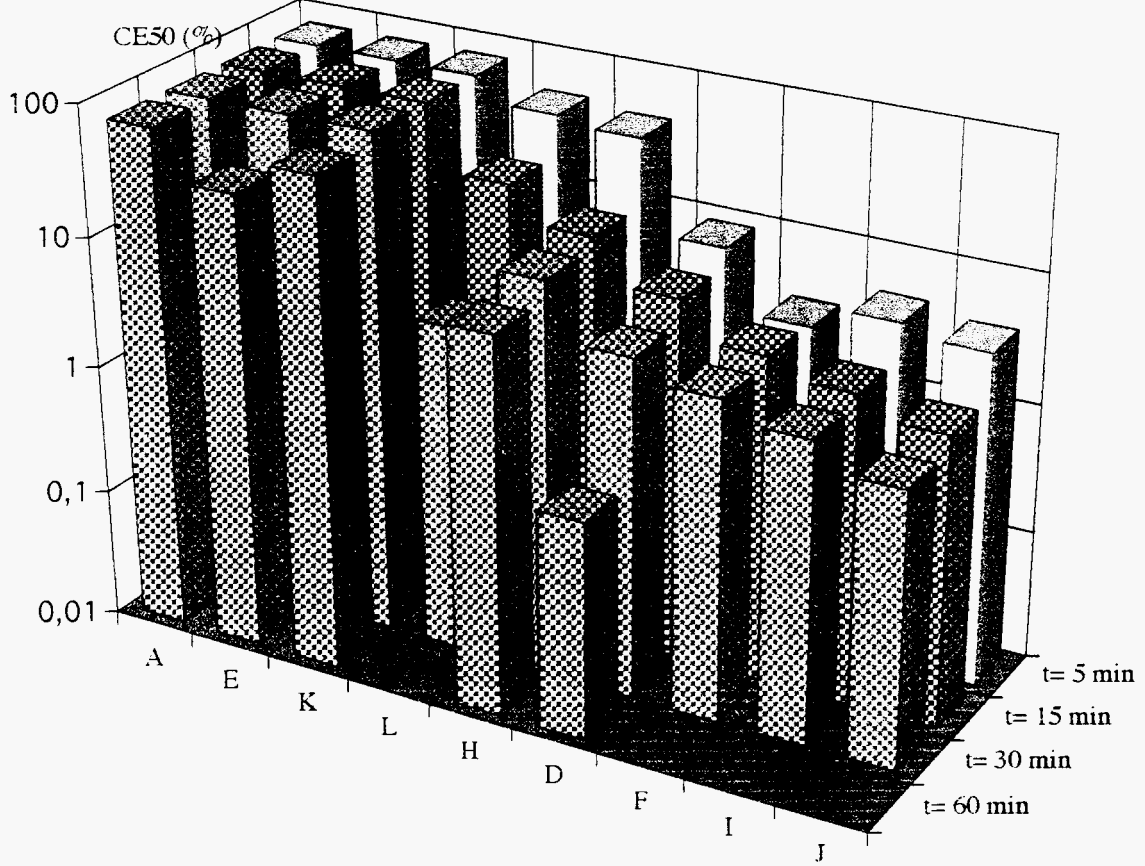


Figure 5 : Test Microtox sur lixiviats à pH ajusté - CE50 en%

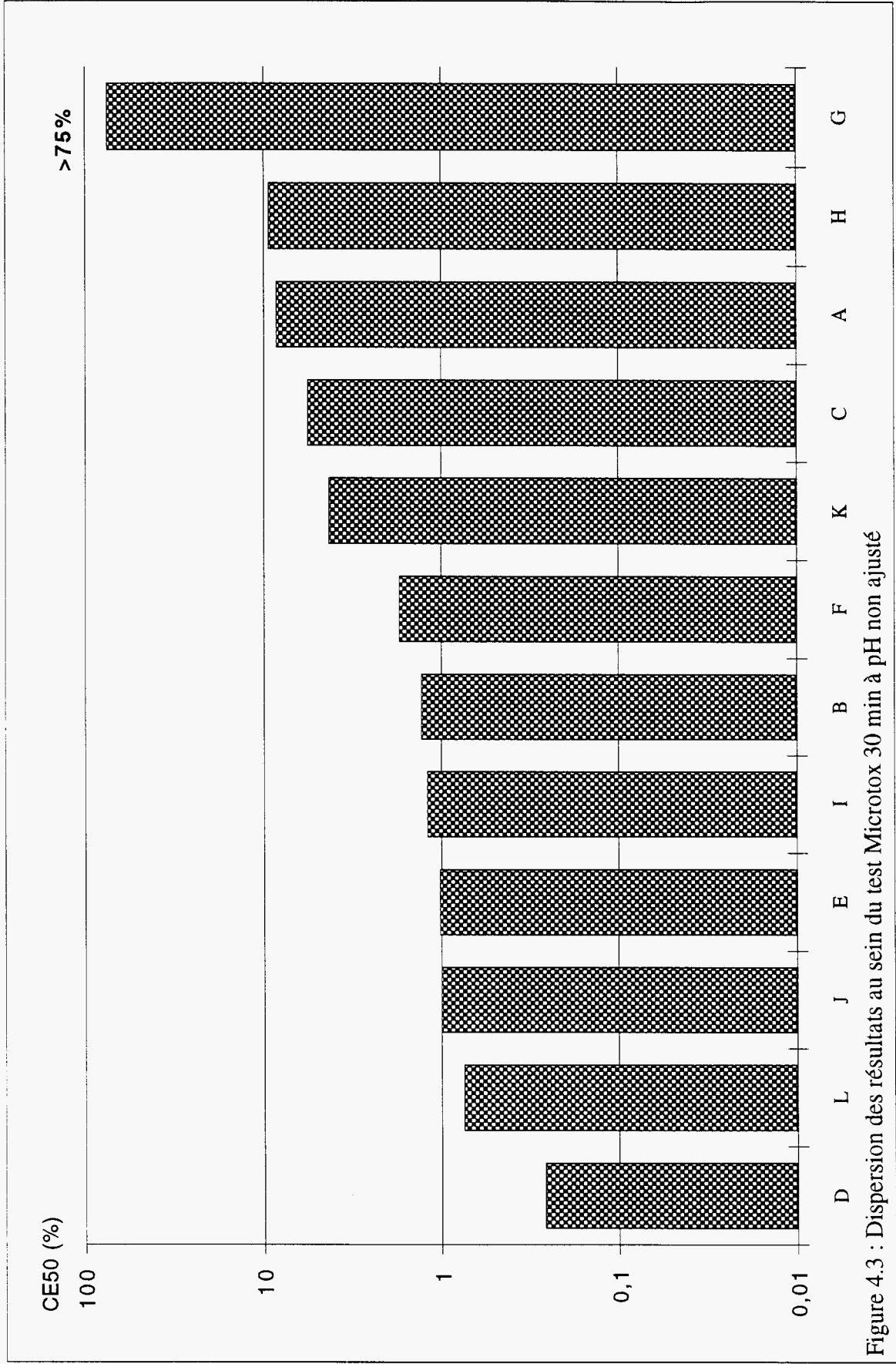


Figure 4.3 : Dispersion des résultats au sein du test Microtox 30 min à pH non ajusté

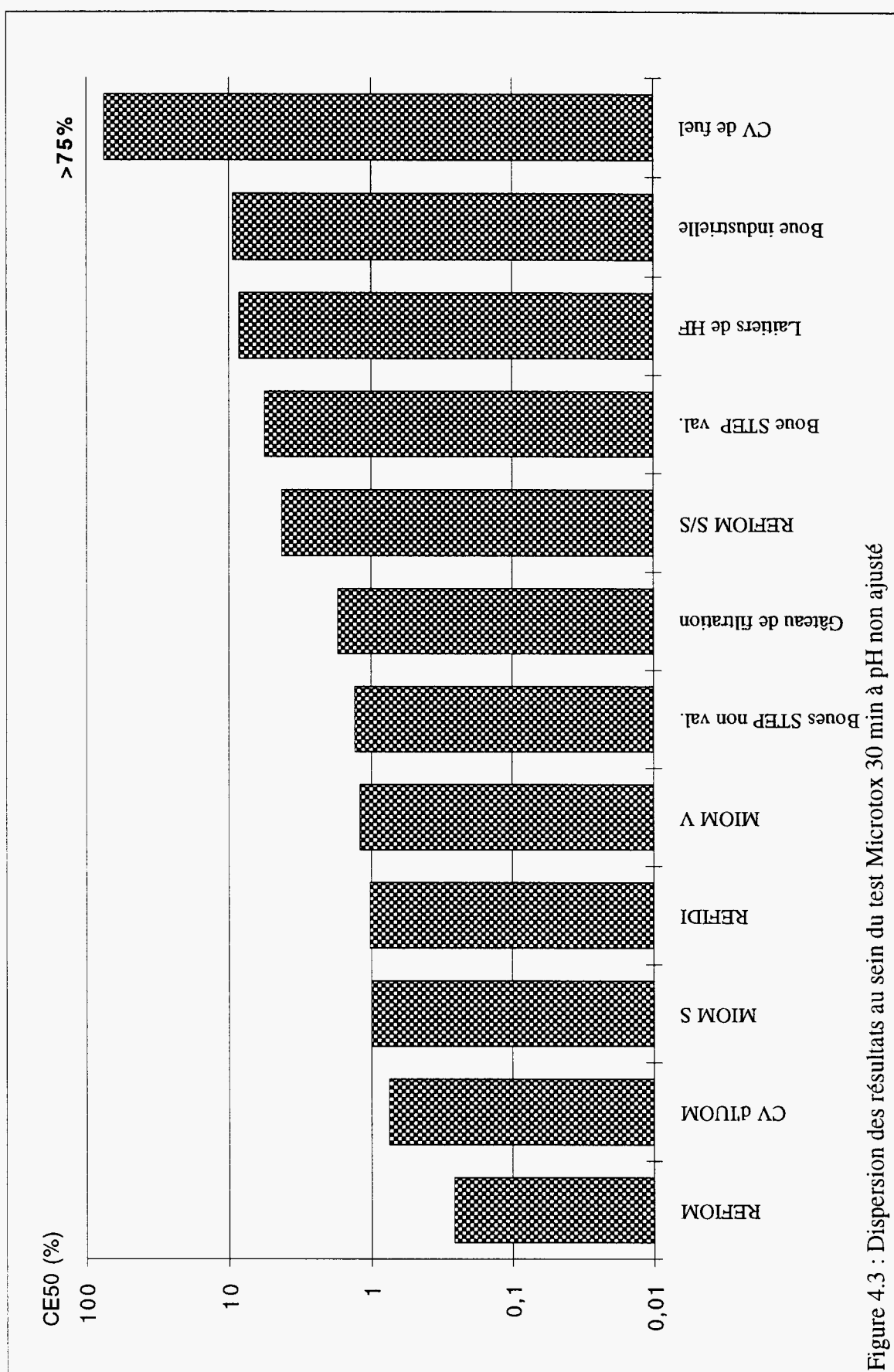
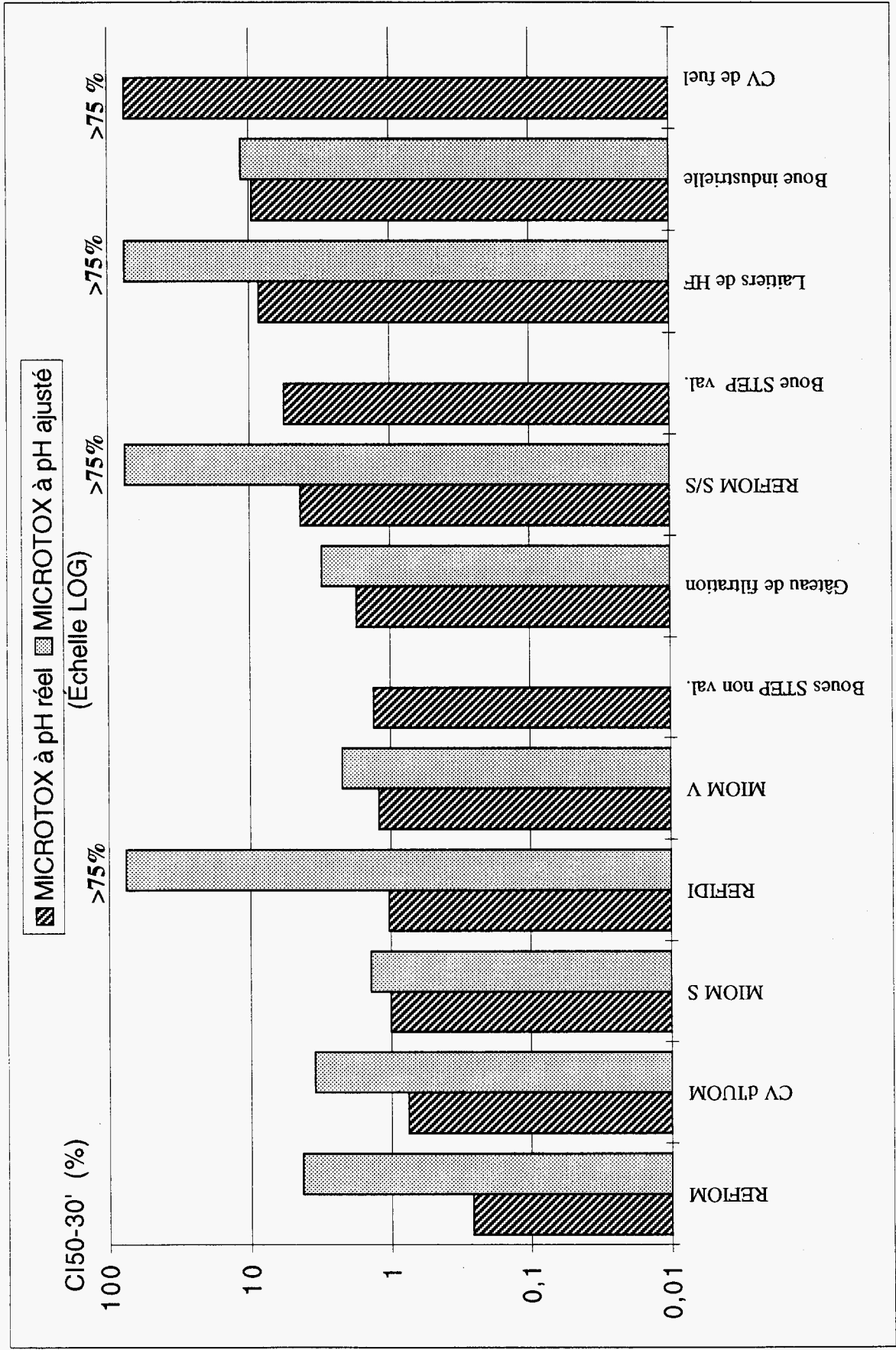


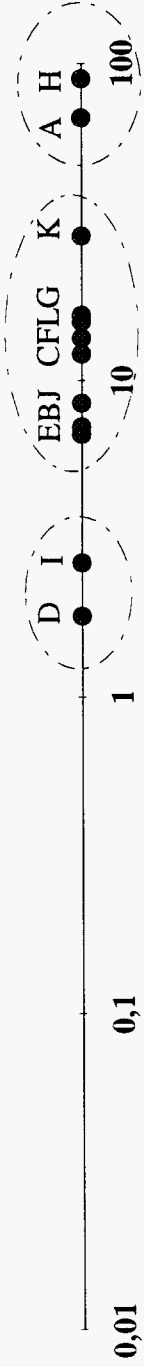
Figure 4.3 : Dispersion des résultats au sein du test Microtox 30 min à pH non ajusté



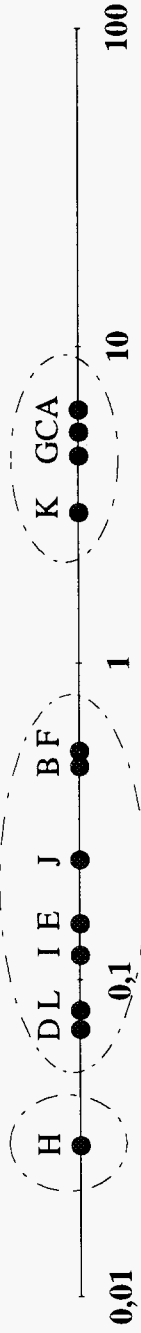
CONCLUSION

(Echelle LOG)

Daphnie - CE50 (%)



Algue - CE50 (%)



Microtox à pH réel - CE50 (%)

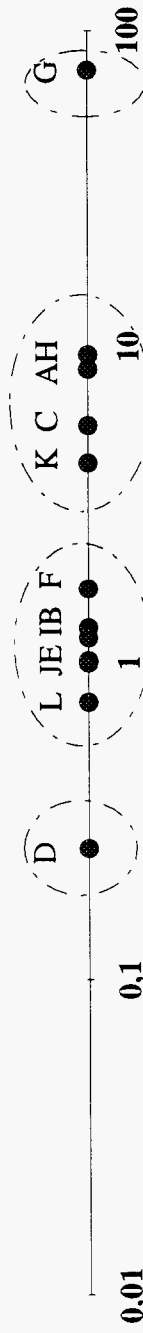


Figure 5 : Réponses écotoxiques dans le cas des boues de STEP valorisée non valorisée
(Microtox sur lixiviat non ajusté)

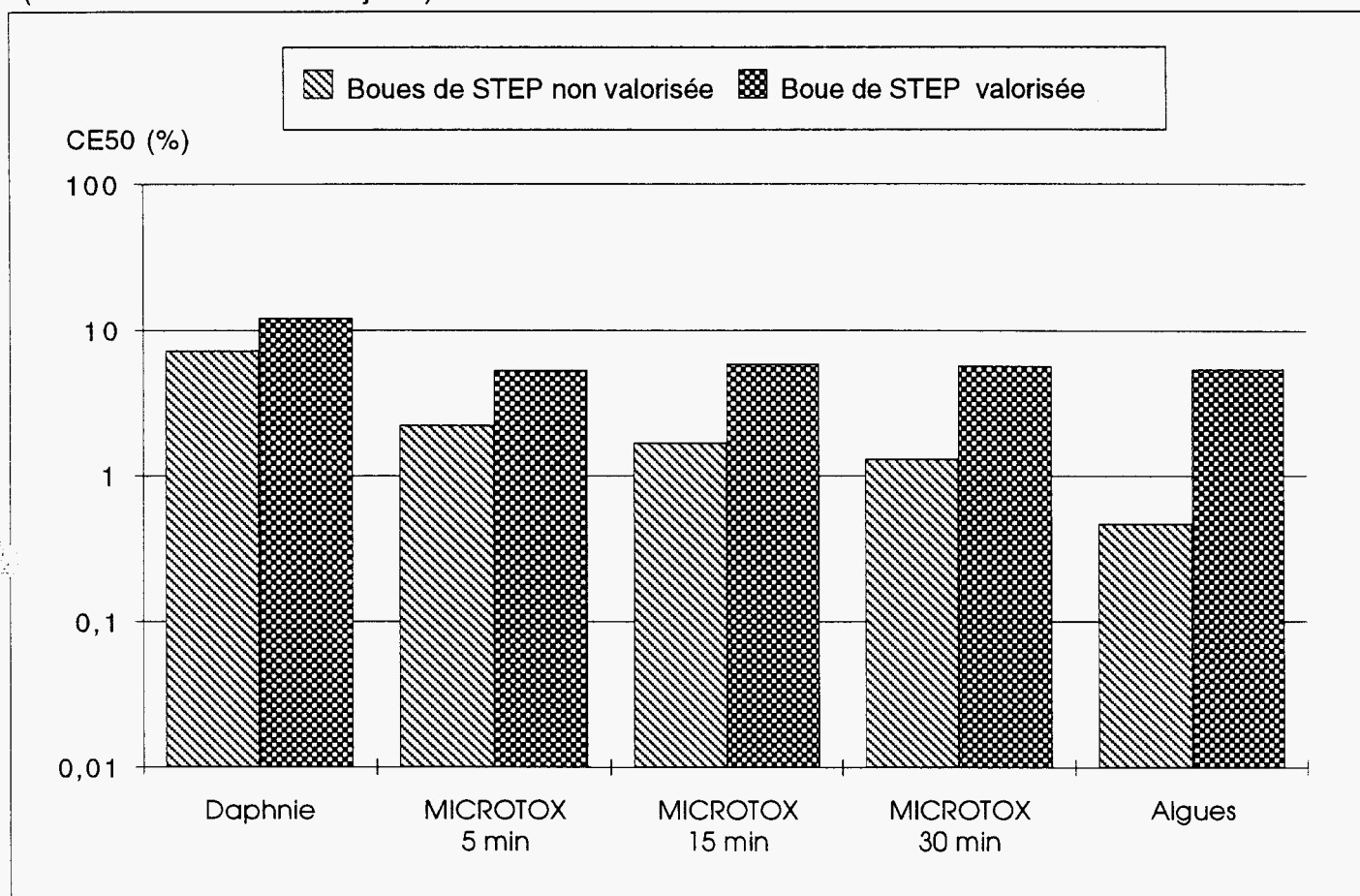


Figure 6 : Réponses écotoxiques dans le cas des REFIONM avant et après stabilisation

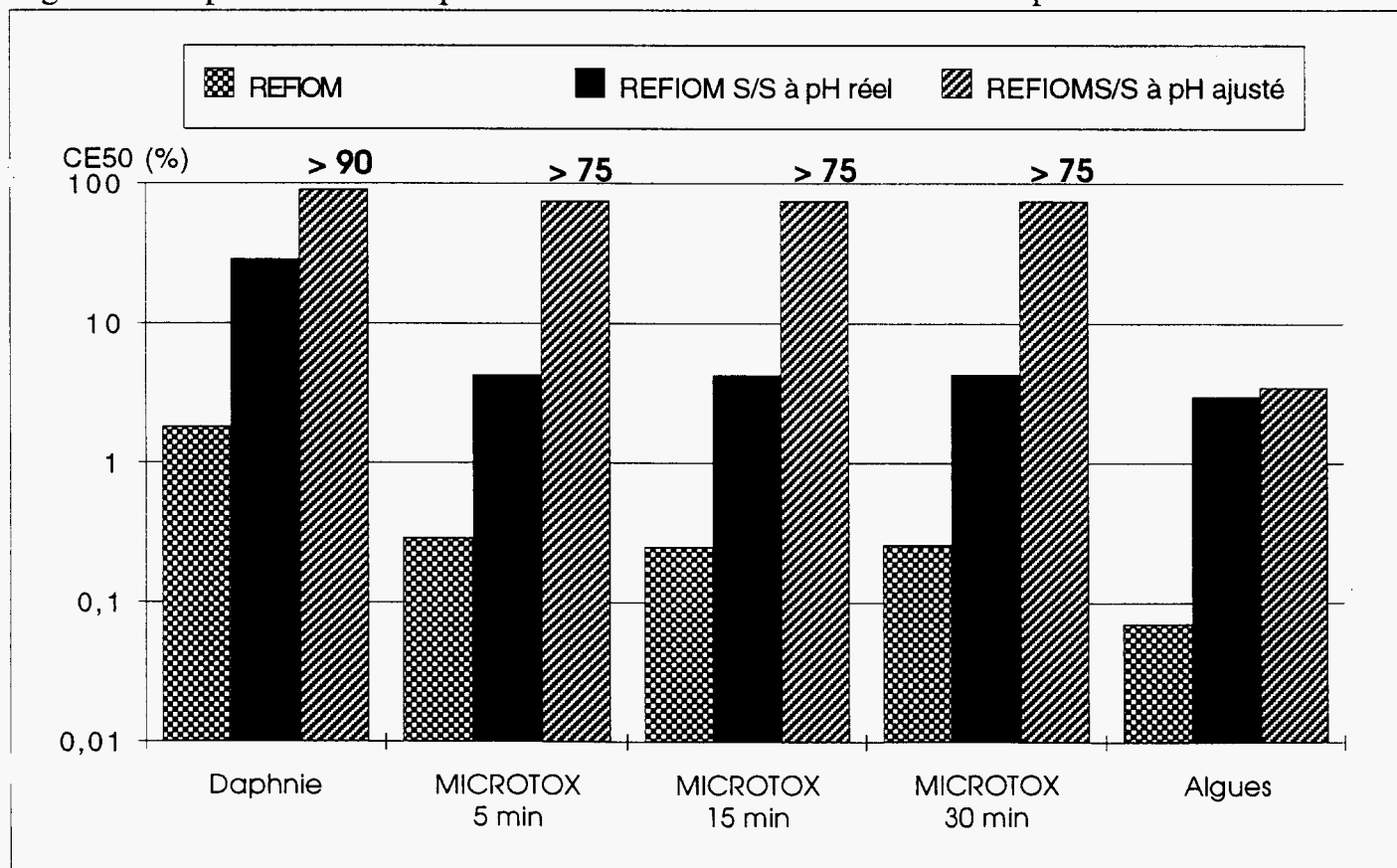
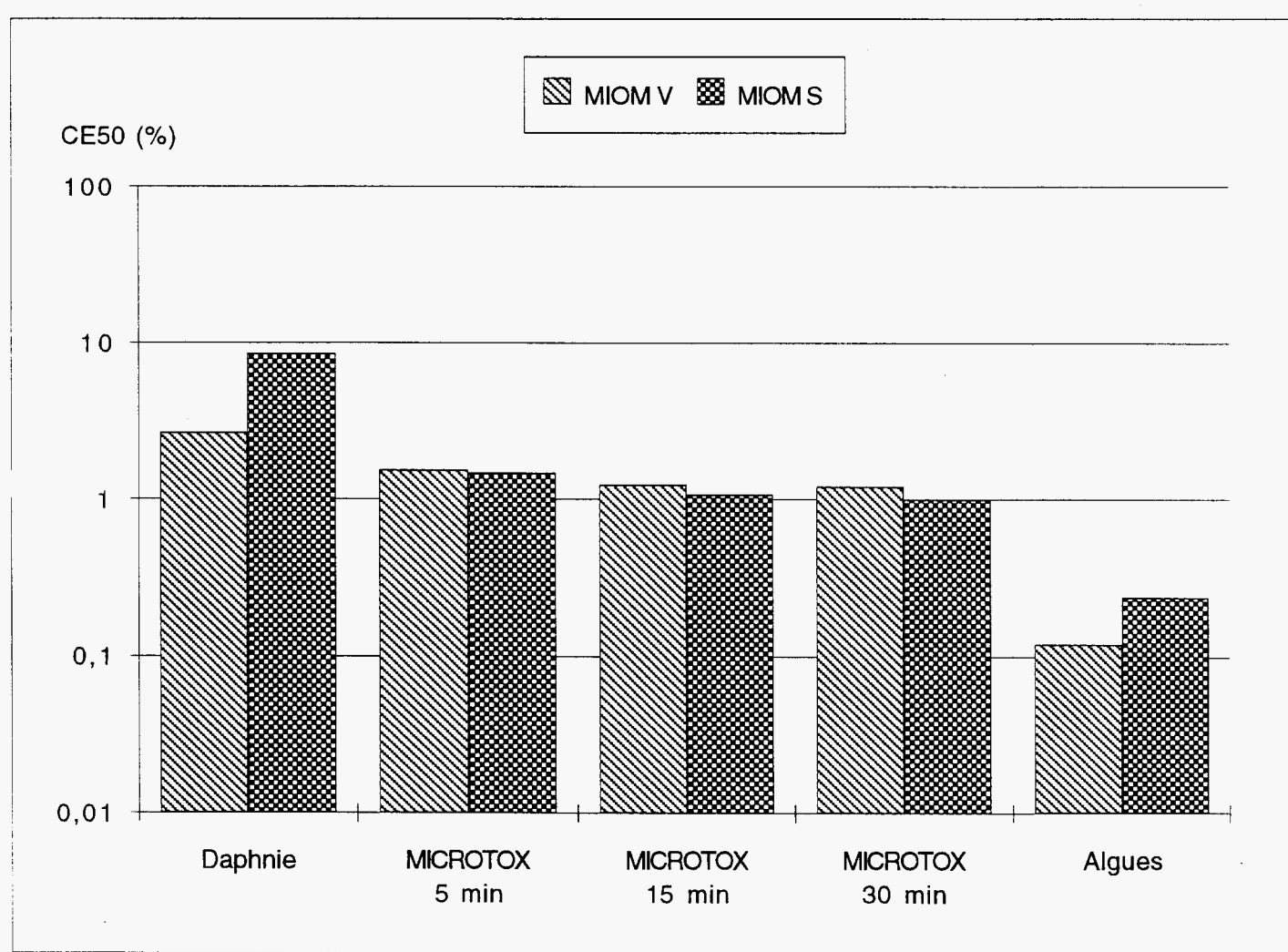


Figure 7 : Réponses écotoxiques dans le cas des MIOM "V" et "S"
 (Microtox sur lixiviat non ajusté)



CLASSIFICATION DES DÉCHETS TESTÉS SELON DIFFÉRENTS SCÉNARIOS

	Daphnie <10 % Microtox <10 % Algue < 10 %	Daphnie <10 % Microtox <10 % Algue <3 %	Daphnie <10 % Microtox <10 % Algue <1 %	Daphnie <10 % Microtox <5 % Algue <3 %	Daphnie <10 % Microtox <5 % Algue <1 %
Laitiers de hauts fourneaux	M - A	M	M	Non dangereux	Non dangereux
Boue non valorisée	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
Boue valorisée	M - A	M	M	Non dangereux	Non dangereux
REFIOM	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
REFIDI	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
Gâteau de filtration (pharmacie)	M - A	M - A	M - A	M - A	M - A
Cendres volantes de fuel	A	Non dangereux	Non dangereux	Non dangereux	Non dangereux
Boue industrielle	M - A	M - A	M - A	A	A
MIOM V	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
MIOM S	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
REFIOM S/S	M - A	M - A	M	M - A	M
REFIOM S/S à pH ajusté	A	Non dangereux	Non dangereux	Non dangereux	Non dangereux
Cendres volantes d'IUOM	M - A	M - A	M - A	M - A	M - A
TOTAL	5 D - 11 M - 13 A	5 D - 11 M - 9 A	5 D - 11 M - 8 A	5 D - 8 M - 9 A	5 D - 8 M - 8 A

D = dangereux vis-à-vis du test daphnies
M = dangereux vis-à-vis du test Microtox
A = dangereux vis-à-vis du test algues

CLASSIFICATION DES DÉCHETS TESTÉS SELON DIFFÉRENTS SCÉNARIOS

	pH	Daphnie <10 % Microtox <10 % Algue < 10 %	Daphnie <10 % Microtox <10 % Algue <3 %	Daphnie <10 % Microtox <10 % Algue <1 %	Daphnie <10 % Microtox <5 % Algue <3 %	Daphnie <10 % Microtox <5 % Algue <1 %
Laitiers de hauts fourneaux	11,9	M - A	M	M	Non dangereux	Non dangereux
Boue non valorisée	8	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
Boue valorisée	7	M - A	M	M	Non dangereux	Non dangereux
REFIOM	13,62	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
REFIDI	13,32	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
Gâteau de filtration (pharmacie)	4,77	M - A	M - A	M - A	M - A	M - A
Cendres volantes de fuel	7,76	A	Non dangereux	Non dangereux	Non dangereux	Non dangereux
Boue industrielle	5,22	M - A	M - A	M - A	A	A
MIOM V	11,31	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
MIOM S	11,32	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A	D - M - A
REFIOM S/S	12,69	M - A	M - A	M	M - A	M
REFIOM S/S à pH ajusté	8,27	A	Non dangereux	Non dangereux	Non dangereux	Non dangereux
Cendres volantes d'IUOM	11,55	M - A	M - A	M - A	M - A	M - A
TOTAL		5 D - 11 M - 13 A	5 D - 11 M - 9 A	5 D - 11 M - 8 A	5 D - 8 M - 9 A	5 D - 8 M - 8 A

D = dangereux vis-à-vis du test daphnies

M = dangereux vis-à-vis du test Microtox 30 min à pH réel et pH ajusté

~~M~~ = dangereux vis-à-vis du test Microtox 30 min à pH réel mais non dangereux à pH ajusté

A = dangereux vis-à-vis du test algues

ASSESSMENT OF HAZARDOUS CRITERIA OF ANNEX III OF DIRECTIVE 91/689 IN DIFFERENT MEMBER STATES

Draft minutes of the second meeting - Ministry of Environment

Paris - 02.13.98

Participants

See attached list

Introduction

Jacques Méhu welcomes the participants and reminds the framework of this meeting :

- assessment of waste hazardous criteria (particularly H14) in connection with the implementation of the hazardous waste list in different member states ;
- presentation of the results of the French program funded by Association RECORD concerning the applicability of H14 on different industrial wastes.

I- FRANCE (Ph. Samuel)

1- Hazardous waste classification

A Decree has recently be adopted to implemente Directive 91/689/EC and decision 94/904/EC under national law : Decree 97-517 of 15 May 1997 on hazardous waste classification. It is in force since 01/01/1998.

Annex II of this Decree contains a list of hazardous waste which is similar to the one established by the Decision 94/904/EC. According to this Decree a waste is to be considered as a hazardous waste if it is mentioned in the list.

Article 2 makes provisions for supplementing the list and allows for the adoption of a new Order relating to the definition of the hazardous waste criteria (H1 to H14) and the methods to evaluate them.

There is no provision for delisting. Indeed, the French Ministry has not implemented the following part of the Decision 94/904/EC :

"Whereas Members States may make provisions, in exceptional cases, to determine, on the basis of documentary evidence provided in an appropriate way by the holder, that a specific waste on the list does not display any of the properties listed in Annex III to Directive 91/689/EEC".

Philippe Samuel explained that the French Ministry has not implemented this paragraph because it has no legal value. Moreover the delisting can only be envisaged at the European level. But, in certain cases according to rules still to be defined, dispensations with regards to the hazardous waste disposal routes could be allowed by local authorities.

The French situation in matter of hazardous waste classification could be summarized as follows :

- *at the moment*, the hazardous waste definition refers only to the european list : included in Decree 97-517 of 15 May 1997 on hazardous waste classification ;
- *in a next future*, a Ministerial Order should allow the French Ministry to supplement the current list of hazardous wastes : Order relating to the definition of the hazardous waste criteria (H1 to H14) and the methods to evaluate these hazard properties.

The objective is to be coherent and consistent with the specific regulations for incineration and landfilling of hazardous waste, which concern more wastes than only these "officially hazardous".

Remark concerning the France situation :

The draft version of the Decree 97-517 was quite different. Indeed, the French Ministry proposal was initially:

- to implement EWC (European Waste Catalogue),HWL (European waste list) and Directive 91/689/EC in the same Decree.
- to extend the EWC and the HWL at the same time ;
- to introduce the notion of inert wastes (see fig. 1).

fig 1

- In the draft version of the Decree, the Stabilized waste were classified as hazardous waste to be consistent with the French landfilling regulation (to be accepted in a hazardous waste landfill - class 1 - the waste have to be stabilized and the stabilization quality has no influence on the waste classification).

Remarks from the participants :

- *Valérie Pécheux, Belgium (Walloon region)* : there are no landfills for hazardous waste but it exists a few internal industrial sites. In the future, special areas for hazardous waste (similar to a class 1) will be envisaged in class 2 landfills.

A stabilized waste can be disposed in a landfill for non hazardous waste (landfill 2) if the treatment is efficient.

The S/S waste are not controled at the entrance of the landfills. If a hazardous waste can not be treated (stabilized) it goes to the Flemish region.

- *J. van der Waal, Netherlands* : the hazardous waste are mixed , stabilized and then disposed in a specific part of the landfill.

The waste classification is crucial to bring a waste outside of Europe even in case of recovery.

- *A. Moser, Austria* : It exists 4 types of landfills :

- . excavation waste,
- . demolition waste,
- . inert waste with acceptance criteria based on chemical analyses (solid matrices and leachates),
- . mixed waste with a pretreatment (incineration for organic waste and stabilization for non organic waste).

The mixed waste are considered as :

- . non hazardous in the landfill,
- . hazardous out of the landfill.

The waste are disposed in the same landfill sites but in specific areas.

There is no hazardous waste landfill in Austria.

2- French evaluation method for the ecotoxicity of waste (H14)

See annex 1 of this document (draft Ministerial order to be published in a near future).

The method is based on the one POLDEN proposed to DG XI in 1994 and discussed at the TAC meeting on 02/10. Tests on solid matrices have been added in case of negative responses to the tests on eluate.

Concernig the chemical composition (eluate and solid matrices), the limit values derive from regulation on :

- effluents discharged in the environment,
- PCB,
- chemical substances classified "N",

- acceptance in hazardous waste landfill.

Questions :

- *Which waste will be submitted to the H14 procedure ? Will this procedure be applied for landfilling acceptance ?*

This procedure will be included in the Ministerial Order concerning the evaluation methods of the waste hazard properties. This Order will be applied to complete the French Hazardous waste list on the basis on scientific data.

This procedure refers only to intrinsic hazard. It amounts to evaluate the hazard properties of a given waste on the worst case basis. The kind of disposal scenario which is envisaged is designed to limit the risk (intrinsic danger x exposure).

- *Is the evaluation of H14 always necessary ?*

If we show that a given waste displays obviously an other hazard property it is enough to classify the waste as hazardous.

Remarks :

- *Austria* : It is necessary to mix the intrinsic properties with the risk otherwise the pure water could be classified as hazardous. Moreover it is very difficult to determine threshold values for biotests.

3- Presentation of the results of the experimental program on H14 funded by Association RECORD (J. Méhu)

See copies of overheads in annex 2

II- NETHERLANDS (J. van der Waal)

They have their own classification system but the result is comparable to the European one. Their national classification refers to concentration limits and the origin of the waste (see attached documents in the final version of the minutes). Declassification is possible.

At the moment they have both management plans for hazardous waste and non hazardous waste.

In a next future (2001) they intend to implement EWC and HWL. So, the next plan for hazardous waste will integrate the new classification system. Provision for delisting will still be envisaged at national level (preferably than at local level) but they would like the delisting procedure to be harmonized at the european level.

III- AUSTRIA (A. Moser)

Directive 91/689/EEC and Decision 94/904/EC have been implemented under national law and will be in force within 2 weeks.

There is a slight change in Annex 2 because H14 and H13 have been divided :

- . H13 refers to limit values for eluates and total content,
- . H14 classification refers to transport regulation (ADR).

There is provision for declassification but this can only be done by an expert on a case by case basis.

The limit values given for eluates come from the acceptance criteria for landfilling (before treatment) and are close to the limit values for discharge of landfill leachates in the environment (see attached documents in the final version of the minutes).

According to the chemical composition, there are three categories of leachates :

- . class 1 : contaminated soil,
- . class 2 : building material,
- . class 3 : municipal waste.

So there are landfills for waste that are highly soluble, low soluble and slightly soluble.

If an industrialist can demonstrate that a hazardous waste is suitable with a certain existing landfill. They would like to do it at local level but the Ministry want to centralize these kind of information. Consequently, by industrial request an expert could be in charge of a specific case and he has to provide the Ministry with the results.

IV- GERMANY (M. Wagner)

There is no change since the last meeting (see attached document in the final version of the minutes). Declassification can be done by local authorities on empiric decision.

H14 could not be applied to each waste. It could be interesting to focus attention only on ultimate waste.

V- BELGIUM (V. Pécheux)

The Walloon Region has implemented the EWC and HWL. The regional text is very similar to the european one but more detailed. In the Walloon catalogue the waste are classified into three categories : hazardous, non hazardous and inert.

The text has been adopted at the end of July 97, it is in force since August 97 and used since the 1st of January 1998 (see attached document in the final version of the minutes).

The hazardous waste in the Walloon text are those which are mentioned in the HWL and some of the waste added in the Walloon waste catalogue.

So the Walloon Region intends to propose an extension of the hazardous waste list to the DGXI.

About declassification, a producer can prove that a given waste is not hazardous on the basis of assessment of the H14 criteria. This could be envisaged at Regional level for a *given* waste coming from a *given* producer. The procedure is not detailed and only refers to the methods defined to assess the hazard properties of preparation.

ÉTUDE 97-106/2A :

**"ÉTUDE DE LA DANGÉROSITÉ DES
DÉCHETS INDUSTRIELS"**

COMPTE-RENDU DE LA RÉUNION DE CLÔTURE
DU 10 MARS 1998

(Version provisoire avant amendement éventuel pour le rapport final)

ÉTUDE 97-106/2A :
"ÉTUDE DE LA DANGÉROSITÉ DES DÉCHETS INDUSTRIELS"

*COMPTE-RENDU DE LA RÉUNION DE CLÔTURE
DU 10 MARS 1998*

(Version provisoire avant amendement éventuel pour le rapport final)

1- Participants

➔ Feuille de présence.

2- Ordre du jour

➔ Transparent n°1.

3- Déroulement de la réunion

3.1. Discussion sur le mode de présentation des résultats

En accord avec les membres du Comité de Pilotage, la provenance des échantillons ne sera pas explicitée au sein du rapport final. Quant à la présentation des résultats, le groupe décide de désigner les déchets par leur appellation usuelle et officielle (Avis relatif à la nomenclature des déchets ; Journal Officiel du 11 novembre 1997).

3.2. Rappel des objectifs du programme expérimental

➔ Transparent n°2.

3.3. Contenu du programme expérimental

➔ Transparents n°3 et 4.

Rappels sur le choix des déchets

- *Phase 1* : Deux des déchets sélectionnés par le Comité de Pilotage ont également été étudiés dans le cadre du programme "Mesures et Essais" de la DGXII par le Réseau Européen d'Harmonisation des Procédures de Lixiviation/extraction. Il s'agit de la boue de STEP non valorisée et des cendres volantes d'UIOM.

L'objectif de ce programme pré-normatif est de réfléchir à l'harmonisation possible :

- des tests d'extraction avec différents éluats (SCE...),
- des tests de conformité (WG2 du CEN TC 292...),
- des tests de comportement à long terme (pHstat, tests de percolation...),
- des tests spécifiques mis en œuvre dans des domaines très particuliers, tels que les sols, le bois...

L'analyse des éluats générés par ces différents tests portent sur les polluants minéraux et le COT.

Les résultats du Réseau ne seront disponibles qu'en septembre 1998. Le Comité de Pilotage devra alors se positionner sur le niveau d'échange des résultats entre le programme expérimental de RECORD et celui du Réseau.

- *Phase 2* : À l'issue de la réunion intermédiaire du 7 octobre 1997, le groupe avait choisi de tester les laitiers de hauts-fourneaux, les cendres volantes de fuel et le gâteau de la pharmacie. Mais compte tenu des changements de programme (tests sur matrices solides), les quantités de déchets nécessaires au bon déroulement de ces essais ont largement augmenté ; de ce fait, nous avons dû remplacer les laitiers de hauts-fourneaux par la boue industrielle de la chimie minérale (voir fax circulaire du 13 octobre 1997).

Terminologie

Le groupe s'interroge sur la bonne utilisation du terme "lixiviat". Isabelle Martin et Jacques Méhu précisent que les eaux issues d'un test de lixiviation sont désormais désignées par le terme "éluat" et non plus "lixiviat". Le terme "lixiviat" est désormais réservé aux lixiviats de décharges.

Dans le rapport final, POLDEN parlera donc d'"éluats" et non pas de "lixiviats" de déchets.

3.4. Résultats du programme expérimental

➡ Transparents n°5 à 17.

Analyse du contenu total, de l'éluat et de la fraction solide 0,45-100 microns

L'analyse de la fraction solide 0,45-100 µm a été réalisée après filtration à 0,45 µm des éluats 100 µm soumis aux bio-essais de la phase 1 : Microtox, Daphnies 24 h et Algues. Les résultats présentés dans les graphes sont exprimés en mg/kg de matière sèche de particules analysée et ne sont pas ramenés par masse de déchet sec.

Ainsi, lorsque les valeurs relatives à la fraction 0,45-100 µm sont supérieures à celles données pour le contenu total, cela peut signifier que les particules sont plus concentrées en élément considéré que la moyenne du déchet.

Gâteau de la pharmacie

Lors du lancement des bio-essais de la phase 2, nous avons constaté une nette évolution de ce déchet stocké depuis 5 mois à 4°C dans des conditions anaérobies : évolutions visuelle (développement en surface) et olfactive (forte odeur).

En conséquence, il nous a semblé plus juste de distinguer le déchet prélevé en sortie de production (F1) de celui stocké dans les conditions évoquées ci-dessus (F2). Le problème rencontré ici soulève la question de la représentativité de l'échantillon testé dans ce genre de procédure ne serait-ce que vis-à-vis du mode de stockage des déchets analysés. Ce dernier devient particulièrement important lorsqu'une deuxième série d'analyses est envisagée plus tard, lors d'une contre-expertise par exemple.

Évaluation de la dangerosité des déchets testés : tableau de synthèse

➔ Transparents n°18 et 19.

À la demande du groupe, les colonnes "valeur mesurée > seuil limite" ont été supprimées pour éviter une mauvaise lecture des tableaux.

De même, les données relatives aux tests Microtox à pH réel et Microtox à pH ajusté sont présentées dans le même tableau. Le mode de lecture de ce tableau sera clairement indiqué.

Points divers

- Les lixiviations ont été réalisées sur 100 g de déchet sec avec un ratio de L/S=10, conformément au projet européen. Les masses lixiviées, exprimées en kg de masse sèche, seront présentées dans le rapport final.
- POLDEN précisera les taux d'humidité mesurés.
- Bio-essais : quand il y a eu ajustement de pH, ceux-ci ont été effectués sur l'éluat brut, avant dilutions.
- Dans le cas des bio-essais réalisés à 0,45 µm, l'ajustement des pH a été réalisé sur l'éluat filtré. Après ajustement, les éluats n'ont pas été filtrés une nouvelle fois. POLDEN contactera le laboratoire en charge de ces essais pour savoir si des précipitations ont été observées.
- Concernant le choix d'une filtration à 100 ou 0,45 µm, le Comité de Pilotage discute pour savoir si le classement des déchets vis-à-vis de leur danger intrinsèque doit être associé à une étude de risque pour un scénario donné : les particules peuvent-elles migrer dans l'environnement ?

À ce propos, Philippe Samuel répond que la classification des déchets vis-à-vis du critère H14, telle que proposée par le Ministère, prend en compte le scénario le plus pessimiste avec une exposition maximum : l'abandon d'un déchet dans l'environnement.

- Les résultats des bio-essais proviennent d'un laboratoire et d'un essai en particulier, une étude statistique serait nécessaire.

- La question de la précision des mesures par rapport aux seuils est également posée.
 - *POLDEN précisera les intervalles de confiance pour chaque essai.*

3.5. Rédaction du rapport final

POLDEN doit rédiger un rapport final provisoire. Celui-ci sera soumis à l'ensemble des membres du Comité de Pilotage, pour avis, avant l'édition de la version définitive. Ce rapport contiendra notamment :

- une synthèse destinée à être diffusée (voir §3.11),
- une présentation détaillée des résultats,
- une présentation des informations issues du Club européen de réflexion sur la dangerosité des déchets industriels.

Au sein du rapport, les déchets seront désignés par une lettre, par leur appellation usuelle et/ou officielle.

Dans le cas des bio-essais, les résultats (CE50 ou CE20) seront exprimés d'une part en pourcentage d'éluat et, d'autre part, en unité toxique.

Les graphes seront accompagnés d'un commentaire afin d'en faciliter la lecture.

Alain Navarro invite les membres du Comité de Pilotage à réagir sur les transparents présentés par POLDEN. Pour être intégrés au rapport final, les commentaires devront parvenir à POLDEN dans un délai de 3 semaines à compter de la réception du présent compte-rendu.

3.6. Ceriodaphnies 7 jours ou Daphnies 21 jours ?

Compte tenu des divergences d'opinion quant au choix de l'un des deux tests, Jean-François Féraud invite le groupe à lire un article rédigé par le CSE. Celui-ci est fourni en annexe du compte-rendu.

Du point de vue du Ministère, le principal problème vient du fait que l'on propose un test non normalisé dans une procédure réglementaire.

3.7. Proposition méthodologique du Ministère pour l'évaluation du critère H14

Une nouvelle version du document technique relatif aux "*critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets*" a été proposée en janvier 1998.

À présent, l'objectif du Ministère est de rassembler un maximum de données expérimentales sur l'application de cette procédure afin de la valider. Il s'agit notamment de répondre à plusieurs questions, telles que :

- certains tests sont-ils redondants ?
- la procédure proposée comporte-t-elle assez de tests ?
- les seuils sont-ils cohérents et discriminants ?

La publication de l'Arrêté qui fixera définitivement les seuils et méthodes est prévue pour fin 98. Par la suite, cet Arrêté sera probablement en discussion courant 99 et en application fin 99.

Les éventuels surclassements devront concerner l'ensemble des déchets d'une même catégorie (et non pas un lot de déchets en particulier) et nécessiteront de ce fait une lourde investigation. Aucun surclassement n'est prévu à court terme.

La DGXI prévoit d'amender la Décision 94/904/CE en intégrant la possibilité de déclassement d'un lot de déchets dans le corps du texte et non plus dans un "considérant". La France transposera cet amendement ; Ainsi, cette possibilité existera également en France (courant 99).

Par ailleurs, on peut noter :

- le maintien des déchets classés non dangereux vis-à-vis du Décret 97-517 du 11 novembre 1997 dans la réglementation relative à la classe 1.
- la possibilité théorique de dérogations pour un lot de déchets donné sur la base d'un bon comportement à long terme dans un scénario spécifié.

3.8. Travaux en cours sur les critères de dangers H1 à H12

L'INERIS a travaillé sur la rédaction d'un document concernant l'évaluation des critères H1, H2 et H3 : "*Proposition méthodologique pour évaluer les propriétés de danger H1, H2 et H3 ; version du 9 décembre 1997*". Ce document est fortement inspiré des textes relatifs au transport des déchets par routes. Les valeurs limites proposées sont celles indiquées dans la Décision 94/904/CE.

Quant aux critères H4 à H12, le Ministère pense reprendre les textes relatifs aux substances en terme de concentrations et méthodes. Parmi ces critères on peut tout de même citer :

- H9 qui est défini dans un Décret du Ministère de la Santé,
- H11 qui, selon la Communauté Européenne, concerne les effets génotoxiques sur l'homme et l'environnement : il est donc inutile d'ajouter un test de génotoxicité dans la procédure H14.

L'INRS a rédigé un document technique sur l'évaluation de ces critères, mais celui-ci est encore à l'étude au Ministère et ne peut être diffusé pour l'instant.

3.9. Autres travaux en cours sur le critère H14

À la demande du Ministère, l'INERIS devrait prochainement lancer une étude expérimentale visant à tester une vingtaine de déchets vis-à-vis du critère H14.

Dans le cadre du programme "Écotoxicité des sols pollués et des déchets" financé par l'ADEME, 4 déchets ont été testés par l'IRH. Les résultats sont en cours de discussion, mais POLDEN mentionnera l'existence de cette étude dans son rapport.

L'état de l'art sur l'écotoxicité des déchets réalisé dans le cadre du programme "écompatibilité des déchets" de l'ADEME sera également mentionné.

Enfin, POLDEN se renseignera sur une étude menée par les Agences de l'Eau visant à évaluer l'écotoxicité d'une dizaine de déchets (interlocuteur : Agence Rhin-Meuse).

3.10. Club européen de réflexion sur la dangerosité des déchets industriels

Ce club est composé par des homologues de Philippe Samuel aux Pays-Bas, en Autriche, en Allemagne, en Belgique (Région Wallonne). Les représentants du Danemark n'ont pas pu assister aux réunions (retard d'avion) mais POLDEN est en contact avec eux. Nous avons également invité des représentants du Royaume-Uni mais ces derniers n'étaient pas libres aux dates fixées.

Jacques Méhu rappelle que la Direction Scientifique de RE.CO.R.D. était représentée par Bénédicte Couffignal.

- ➔ Contenu des réunions : voir le compte-rendu de la dernière réunion du club le 13/02/98 (version provisoire).

3.11. Création éventuelle d'une "task force"

La Commission Européenne a présenté le travail de POLDEN (1994) aux États Membres et envisage la création d'une "task force" qui pourrait être présidée par la France. 6 ou 7 États Membres sont d'accord mais les représentants de l'Allemagne et de l'Autriche semblent peu intéressés pour l'instant.

- ➔ *Philippe Samuel transmettra à POLDEN la liste des États Membres ayant répondu favorablement.*

Pour encourager la création d'un tel groupe et mettre en avant le travail de RECORD, il apparaît nécessaire de constituer une synthèse de l'étude en français et en anglais en vue d'une présentation aux différents États Membres

- ➔ *POLDEN rédigera donc une synthèse de l'étude en français présentant les principaux résultats. Pour ce qui est de la traduction en anglais, Philippe Samuel propose de la confier à la DGXI.*

3.12. Suites possibles

Les pistes suivantes ont été listées :

- 1 ➔ Réfléchir et travailler sur d'autres critères de danger, tels que H11 et H13.
- 2 ➔ Étudier la possibilité d'élaboration d'une procédure H14 plus simple, donc plus rapide et moins chère.
- 3 ➔ Étudier la toxicité liée aux particules : méthode des doubles cuves pour les essais Microtox et Algues.

- 4 ➡ Application de la procédure H14 à d'autres déchets (étude en cours : INERIS).
- 5 ➡ Discussion sur les seuils et leur domaine de tolérance.
- 6 ➡ Recherche d'un test de lixiviation spécifique et optimum pour l'évaluation de l'écotoxicité.
- 7 ➡ Étude des effets liés au pH et au niveau de filtration.
- 8 ➡ Synthèse des travaux en cours sur l'évaluation de l'écotoxicité des déchets.
- 9 ➡ Étude de comportement de déchets dans un scénario donné : valorisation agricole, valorisation en technique routière... Ces études pourraient servir de base à une méthodologie de demande de dérogations.
- 10 ➡ Choix argumenté d'un test chronique : Ceriodaphnies (7j), daphnies (21j), Brachionus...
- 11 ➡ Soutien scientifique à la "Task force".

REÇU - 9 AVR. 1998
République Française



MINISTÈRE DE
L'AMÉNAGEMENT DU TERRITOIRE
ET DE L'ENVIRONNEMENT

Paris, le - 1 AVR. 1998

**DIRECTION DE LA PREVENTION
DES POLLUTIONS ET DES RISQUES**

SOUS-DIRECTION DES PRODUITS ET DES DECHETS
Bureau de la Gestion et du Traitement des Déchets

Affaire suivie par : Philippe SAMUEL
Ligne directe : 01 42 19 15 56
From abroad dial : 33 1 42 19 15 56
E-mail : samuel@environnement.gouv.fr
Référence : DPPR/SDPD/BGTD/PS n°98-
RECORD_3.DOC du 01/04/98 à 13:46

900408

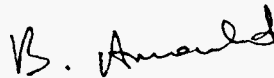
Madame, Monsieur,

Par courrier du 18 mars 1998, vous m'avez adressé le compte-rendu de la réunion de clôture de l'étude RECORD sur la dangerosité des déchets industriels et je vous en remercie.

Vous trouverez ci-joint une contribution de mes services que je souhaite voir figurer dans le rapport final.

Je vous prie d'agréer, Madame, Monsieur, l'expression de mes sentiments les meilleurs.

Le Chef du bureau
de la qualité écologique des produits



Brigitte ARNOULD

Madame L. GRELIER-VOLATIER
Monsieur J. MEHU
INSAVALOR s.a. - Division POLDEN
BP 2132 - 69603 VILLEURBANNE CEDEX

20, avenue de Ségur - 75302 PARIS 07 SP - Téléphone : 01.42.19.20.21
Télex : RISMAJ 202.119 - Télécopie : 01.42.19.14.68

**Commentaires du Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement
concernant « l'étude de la dangerosité des déchets industriels ».**

Les résultats de l'étude RECORD donnent les indications suivantes concernant les tests daphnies (24h), microtox et algues (72h) qui devront être ultérieurement vérifiées :

- Le test microtox (30') effectuée à pH réel ou à pH ajusté et filtration à 100 μ est très sensible. Le mode opératoire utilisé pour ce test est déterminant. Or, pour ces deux modes opératoires, certains déchets ont un effet écotoxique suivant microtox, qui n'est pas vérifié par le test daphnie (24h) et le test algues (72h).
- Les tests daphnies (24h), microtox (30', pH ajusté, filtration à 0,45 μ) et algues (72h) ont des comportements différents. Ils donnent des valeurs d'écotoxicité qui sont indépendantes.
- A l'exception des résultats des boues et des gâteaux (déchets B, C, F1, F2), les tests daphnies (24h) et algues (72h) peuvent permettre une évaluation quasi complète du caractère écotoxique.
- Enfin, il est nécessaire de faire apparaître la valeur du pH et la forme physique pour chaque déchet testé dans le tableau récapitulatif des résultats d'écotoxicité.

le 2 avril 1998

Direction Sécurité Environnement Industrie

N/ Réf. : DSEI-JLC.98.43/MJ

Tél : 01 49 00 75 39

Fax : 01 49 00 80 86

INSAVALOR - POLDEN

CEI - BP. 2132

27, boulevard du 11 novembre 1918

69603 VILLEURBANNE Cedex

A l'attention de Mme L. GRELIER-VOLATIER
et M. J. MEHU

**Objet : Compte rendu de la réunion de clôture de l'étude 97-106/2A
du 10 mars 1998.**

Référence : - Lettre LV/JC/C94B/03.98 du 18 mars 98.
- Compte rendu (version provisoire).

Vous voudrez bien trouver, ci-après et ci-joint, comme souhaité, nos remarques et commentaires sur le compte rendu en objet.

1. Remarques / commentaires généraux

Le point 1 du transparent T2 nous paraît à reformuler et nous vous proposons la rédaction suivante :

1. " Etablissement d'une méthode d'évaluation du critère H14 à partir de tests effectués sur une gamme de déchets choisis par les membres du Comité de Pilotage ".

Dans le même transparent T2, les deux autres objectifs importants pour Record sont le point 3 (qui résulte du point 1 reformulé) et le point 5 (qui avait été fortement souligné lors des discussions préliminaires au lancement de l'étude).

Sur ces bases, nous souhaitons voir prendre en compte le fait que le Rapport final (cf. point 3.5/page 4) devrait

- ↳ contenir une proposition de méthodologie minimale H14,
- ↳ ou, à tout le moins, apporter des éléments de réponse aux deux premières questions posées au point 3.7/page 4.

1/2

2. Remarques / commentaires spécifiques

2.1. Par rapport au projet de texte actuel.

Voir les annotations portées sur les pages A/1 à A/8 jointes.

2.2. Par rapport aux données techniques.

> Différentes options techniques ont été prises et/ou testées (pH, filtration, etc.). Il sera important que le rapport final les discute et en donne les conclusions.

Par exemple, pour la filtration, où l'effet n'apparaît que sur les tests à lecture optique (Microtox) ou à interférence avec la photosynthèse (Algues), l'écotoxicité n'est peut-être pas seule en cause (possibilité d'un effet physique).

> Choix entre Ceriodaphnies (7 j) et Daphnies (21 j) (point 3.6/page 4).

Rappeler que 2 autres tests ont été proposés à la normalisation (Commission T95E - "Ecotoxicologie") :

Daphnies (7 j)

Brachionus.

Ce dernier test présente l'avantage d'être court (48 h).

Bien cordialement,



M. BOURY



J.L. CROS

P.J. 8 pages (A/1 à A/8).

ÉTUDE 97-106/2A :

"ÉTUDE DE LA DANGEROUSITÉ DES DÉCHETS INDUSTRIELS"

**COMPTE-RENDU DE LA RÉUNION DE CLÔTURE
DU 10 MARS 1998**

(Version provisoire avant amendement éventuel pour le rapport final)

1- Participants

➔ Feuille de présence.

2- Ordre du jour

➔ Transparent n°1.

3- Déroulement de la réunion

3.1. Discussion sur le mode de présentation des résultats

En accord avec les membres du Comité de Pilotage, la provenance des échantillons ne sera pas explicitée au sein du rapport final. Quant à la présentation des résultats, le groupe décide de désigner les déchets par leur appellation usuelle et officielle (Avis relatif à la nomenclature des déchets ; Journal Officiel du 11 novembre 1997).

conforme à la nomenclature européenne

3.2. Rappel des objectifs du programme expérimental

➔ Transparent n°2.

3.3. Contenu du programme expérimental

➔ Transparents n°3 et 4.

Rappels sur le choix des déchets

- *Phase 1* : Deux des déchets sélectionnés par le Comité de Pilotage ont également été étudiés dans le cadre du programme "Mesures et Essais" de la DGXII par le Réseau Européen d'Harmonisation des Procédures de Lixiviation/extraction. Il s'agit de la boue de STEP non valorisée et des cendres volantes d'UIOM.

L'objectif de ce programme pré-normatif est de réfléchir à l'harmonisation possible :

- des tests d'extraction avec différents éluats (SCE...),
- des tests de conformité (WG2 du CEN TC 292...),
- des tests de comportement à long terme (pHstat, tests de percolation...),
- des tests spécifiques mis en œuvre dans des domaines très particuliers, tels que les sols, le bois...

L'analyse des éluats générés par ces différents tests portent sur les polluants minéraux et le COT.

(X)
ouvrait
l'ère
même

Les résultats du Réseau ne seront disponibles qu'en septembre 1998. Le Comité de Pilotage ~~devra~~ alors se positionner sur le niveau d'échange des résultats entre le programme expérimental de RECORD et celui du Réseau.

- Phase 2 : À l'issue de la réunion intermédiaire du 7 octobre 1997, le groupe avait choisi de tester les laitiers de hauts-fourneaux, les cendres volantes de fuel et le gâteau de la pharmacie. Mais compte tenu des changements de programme (tests sur matrices solides), les quantités de déchets nécessaires au bon déroulement de ces essais ont largement augmenté ; de ce fait, nous avons dû remplacer les laitiers de hauts-fourneaux par la boue industrielle de la chimie minérale (voir fax circulaire du 13 octobre 1997).

Terminologie

Le groupe s'interroge sur la bonne utilisation du terme "lixiviat". Isabelle Martin et Jacques Méhu précisent que les eaux issues d'un test de lixiviation sont désormais désignées par le terme "éluat" et non plus "lixiviat". Le terme "lixiviat" est désormais réservé aux lixiviats de décharges.

Dans le rapport final, POLDEN parlera donc d'"éluats" et non pas de "lixiviats" de déchets.

(X)

qu'il faudra définir afin d'éviter toute ambiguïté.

3.4. Résultats du programme expérimental

➔ Transparents n°5 à 17.

Analyse du contenu total, de l'éluat et de la fraction solide 0,45-100 microns

L'analyse de la fraction solide 0,45-100 μm a été réalisée après filtration à 0,45 μm des éluats 100 μm soumis aux bio-essais de la phase 1 : Microtox, Daphnies 24 h et Algues. Les résultats présentés dans les graphes sont exprimés en mg/kg de matière sèche de particules analysée et ne sont pas ramenés par masse de déchet sec.

Ainsi, lorsque les valeurs relatives à la fraction 0,45-100 μm sont supérieures à celles données pour le contenu total, cela peut signifier que les particules sont plus concentrées en élément considéré que la moyenne du déchet.

Gâteau de la pharmacie

Lors du lancement des bio-essais de la phase 2, nous avons constaté une nette évolution de ce déchet stocké depuis 5 mois à 4°C dans des conditions anaérobies : évolutions visuelle (développement en surface) et olfactive (forte odeur).

En conséquence, il nous a semblé plus juste de distinguer le déchet prélevé en sortie de production (F1) de celui stocké dans les conditions évoquées ci-dessus (F2). Le problème rencontré ici soulève la question de la représentativité de l'échantillon testé dans ce genre de procédure ne serait-ce que vis-à-vis du mode de stockage des déchets analysés. Ce dernier devient particulièrement important lorsqu'une deuxième série d'analyses est envisagée plus tard, lors d'une contre-expertise par exemple.

Évaluation de la dangerosité des déchets testés : tableau de synthèse

(X) ➔ Transparents n°18 et (19) n'est pas joint au CR

À la demande du groupe, les colonnes "valeur mesurée > seuil limite" ont été supprimées pour éviter une mauvaise lecture des tableaux.

De même, les données relatives aux tests Microtox à pH réel et Microtox à pH ajusté sont présentées dans le même tableau. Le mode de lecture de ce tableau sera clairement indiqué.

Points divers

- (X) ?
- Les lixiviations ont été réalisées sur 100 g de déchet sec avec un ratio de L/S=10, conformément au projet européen. Les masses lixiviées, exprimées en kg de masse sèche, seront présentées dans le rapport final.
 - POLDEN précisera les taux d'humidité mesurés.
 - Bio-essais : quand il y a eu ajustement de pH, ceux-ci ont été effectués sur l'éluat brut, avant dilutions.
 - Dans le cas des bio-essais réalisés à 0,45 µm, l'ajustement des pH a été réalisé sur l'éluat filtré. Après ajustement, les éluats n'ont pas été filtrés une nouvelle fois. POLDEN contactera le laboratoire en charge de ces essais pour savoir si des précipitations ont été observées.
 - Concernant le choix d'une filtration à 100 ou 0,45 µm, le Comité de Pilotage discute pour savoir si le classement des déchets vis-à-vis de leur danger intrinsèque doit être associé à une étude de risque pour un scénario donné : les particules peuvent-elles migrer dans l'environnement ?

À ce propos, Philippe Samuel répond que la classification des déchets vis-à-vis du critère H14, telle que proposée par le Ministère, prend en compte le scénario le plus pessimiste avec une exposition maximum : l'abandon d'un déchet dans l'environnement.

- (X) || - Les résultats des bio-essais proviennent d'un seul laboratoire et d'un seul essai en particulier, une étude statistique serait nécessaire.

- La question de la précision des mesures par rapport aux seuils est également posée.

→ *POLDEN précisera les intervalles de confiance pour chaque essai.*

3.5. Rédaction du rapport final

POLDEN doit rédiger un rapport final provisoire. Celui-ci sera soumis à l'ensemble des membres du Comité de Pilotage, pour avis, avant l'édition de la version définitive. Ce rapport contiendra notamment :

- une synthèse destinée à être diffusée (voir §3.11),
- une présentation détaillée des résultats,
- une présentation des informations issues du Club européen de réflexion sur la dangerosité des déchets industriels.

Au sein du rapport, les déchets seront désignés par une lettre, par leur appellation usuelle et/ou officielle.

Dans le cas des bio-essais, les résultats (CE50 ou CE20) seront exprimés d'une part en pourcentage d'éluat et, d'autre part, en unité toxique.

Les graphes seront accompagnés d'un commentaire afin d'en faciliter la lecture.

Alain Navarro invite les membres du Comité de Pilotage à réagir sur les transparents présentés par POLDEN. Pour être intégrés au rapport final, les commentaires devront parvenir à POLDEN dans un délai de 3 semaines à compter de la réception du présent compte-rendu.

3.6. Ceriodaphnies 7 jours ou Daphnies 21 jours ?

(Y) Compte tenu des divergences d'opinion quant au choix de l'un des deux tests, Jean-François Férard invite le groupe à lire un article rédigé par le CSE. Celui-ci est fourni en annexe du compte-rendu.

Du point de vue du Ministère, le principal problème vient du fait que l'on propose un test non normalisé dans une procédure réglementaire.

3.7. Proposition méthodologique du Ministère pour l'évaluation du critère H14

Une nouvelle version du document technique relatif aux "critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets" a été proposée en janvier 1998.

À présent, l'objectif du Ministère est de rassembler un maximum de données expérimentales sur l'application de cette procédure afin de la valider. Il s'agit notamment de répondre à plusieurs questions, telles que :

- certains tests sont-ils redondants ? *ou non*
- la procédure proposée comporte-t-elle assez de tests ?
- les seuils sont-ils cohérents et discriminants ?

(après validation au niveau européen)

(X)

La publication de l'Arrêté qui fixera définitivement les seuils et méthodes est prévue pour fin 98. Par la suite, cet Arrêté sera probablement en discussion courant 99 et en application fin 99.

Les éventuels surclassements devront concerner l'ensemble des déchets d'une même catégorie (et non pas un lot de déchets en particulier) et nécessiteront de ce fait une lourde investigation. Aucun surclassement n'est prévu à court terme.

La DGXI prévoit d'amender la Décision 94/904/CE en intégrant la possibilité de déclassement d'un lot de déchets dans le corps du texte et non plus dans un "considérant". La France transposera cet amendement ; Ainsi, cette possibilité existera également en France (courant 99).

Par ailleurs, on peut noter :

(A)

Inon sujet

- le maintien des déchets classés non dangereux vis-à-vis du Décret 97-517 du 11 novembre 1997 dans la réglementation relative à la classe 1.
- la possibilité théorique de dérogations pour un lot de déchets donné sur la base d'un bon comportement à long terme dans un scénario spécifié.

3.8. Travaux en cours sur les critères de dangers H1 à H12

L'INERIS a travaillé sur la rédaction d'un document concernant l'évaluation des critères H1, H2 et H3 : "Proposition méthodologique pour évaluer les propriétés de danger H1, H2 et H3 ; version du 9 décembre 1997". Ce document est fortement inspiré des textes relatifs au transport des déchets par routes. Les valeurs limites proposées sont celles indiquées dans la Décision 94/904/CE.

Quant aux critères H4 à H12, le Ministère pense reprendre les textes relatifs aux substances en terme de concentrations et méthodes. Parmi ces critères on peut tout de même citer :

- H9 qui est défini dans un Décret du Ministère de la Santé,
- H11 qui, selon la Communauté Européenne, concerne les effets génotoxiques sur l'homme et l'environnement : il est donc inutile d'ajouter un test de génotoxicité dans la procédure H14.

L'INRS a rédigé un document technique sur l'évaluation de ces critères, mais celui-ci est encore à l'étude au Ministère et ne peut être diffusé pour l'instant.

3.9. Autres travaux en cours sur le critère H14

À la demande du Ministère, l'INERIS devrait prochainement lancer une étude expérimentale visant à tester une vingtaine de déchets vis-à-vis du critère H14.

Dans le cadre du programme "Écotoxicité des sols pollués et des déchets" financé par l'ADEME, 4 déchets ont été testés par l'IRH. Les résultats sont en cours de discussion, mais POLDEN mentionnera l'existence de cette étude dans son rapport.

L'état de l'art sur l'écotoxicité des déchets réalisé dans le cadre du programme "écocompatibilité des déchets" de l'ADEME sera également mentionné.

Enfin, POLDEN se renseignera sur une étude menée par les Agences de l'Eau visant à évaluer l'écotoxicité d'une dizaine de déchets (interlocuteur : Agence Rhin-Meuse).

3.10. Club européen de réflexion sur la dangerosité des déchets industriels

Ce club est composé par des homologues de Philippe Samuel aux Pays-Bas, en Autriche, en Allemagne, en Belgique (Région Wallonne). Les représentants du Danemark n'ont pas pu assister aux réunions (retard d'avion) mais POLDEN est en contact avec eux. Nous avons également invité des représentants du Royaume-Uni mais ces derniers n'étaient pas libres aux dates fixées.

Jacques Méhu rappelle que la Direction Scientifique de RE.CO.R.D. était représentée par Bénédicte Couffignal.

- ➔ Contenu des réunions : voir le compte-rendu de la dernière réunion du club le 13/02/98 (version provisoire).

3.11. Création éventuelle d'une "task force"

La Commission Européenne a présenté le travail de POLDEN (1994) aux États Membres et envisage la création d'une "task force" qui pourrait être présidée par la France. 6 ou 7 États Membres sont d'accord mais les représentants de l'Allemagne et de l'Autriche semblent peu intéressés pour l'instant.

- ➔ *Philippe Samuel transmettra à POLDEN la liste des États Membres ayant répondu favorablement.*

Pour encourager la création d'un tel groupe et mettre en avant le travail de RECORD, il apparaît nécessaire de constituer une synthèse de l'étude en français et en anglais en vue d'une présentation aux différents États Membres.

- ➔ *POLDEN rédigera donc une synthèse de l'étude en français présentant les principaux résultats. Pour ce qui est de la traduction en anglais, Philippe Samuel propose de la confier à la DGXI.*

à faire approuver par RECORD

3.12. Suites possibles

Les pistes suivantes ont été listées :

- 1➔ Réfléchir et travailler sur d'autres critères de danger, tels que H11 et H13.
- 2➔ Étudier la possibilité d'élaboration d'une procédure H14 plus simple, donc plus rapide et moins chère.
- 3➔ Étudier la toxicité liée aux particules : méthode des doubles cuves pour les essais Microtox et Algues.

- 4⇒ Application de la procédure H14 à d'autres déchets (étude en cours : INERIS).
- 5⇒ Discussion sur les seuils et leur domaine de tolérance.
- 6⇒ Recherche d'un test de lixiviation spécifique et optimum pour l'évaluation de l'écotoxicité.
- 7⇒ Étude des effets liés au pH et au niveau de filtration.
- 8⇒ Synthèse des travaux en cours sur l'évaluation de l'écotoxicité des déchets.
- 9⇒ Étude de comportement de déchets dans un scénario donné : valorisation agricole, valorisation en technique routière... Ces études pourraient servir de base à une méthodologie de demande de dérogations.
- 10⇒ Choix argumenté d'un test chronique : Ceriodaphnies (7j), daphnies (21j), Brachionus...
- 11⇒ Soutien scientifique à la "Task force".

⊗ 12. Poursuite de l'animation du Club européen

1997-1998

**ASSOCIATION RE.CO.R.D.
POLDEN**

ÉCOTOXICITÉ DES LIXIVIATS FILTRÉS A 100 microns ET 0.45 microns DANS LE CAS DES DÉCHETS E2, G, H

composition chimique

Désignations	Réf	D	CE50 ≤ 10% ?			CE20 ≤ 0,1 % ?			CE50 ≤ 10 % ?	
			H14 > Seuil sur lixiviats	Daphnies 24h	Microtox 30' pH réel	Microtox 30' pH aj.	Algues 72h	Cériodaphnies 7j	Plantes	Vers de terre
Laitiers de hauts-fourneaux	A		♦							
Boues de STEP non valorisées	B		♦							
Boues de STEP valorisées	C		♦		♦					
REFOM	D	♦	♦		♦					
REFIDI	E	♦	♦		♦					♦
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	F1	♦	♦		♦					♦
Gâteau de filtration de la pharmacie 2 = gâteau 1 à "+5" mois	F2	♦	♦		♦					♦
Cendres volantes de fuel	G	♦	♦		♦					
Boue industrielle	H		♦		♦					
MIOM V	I		♦		♦					
MIOM S	J		♦		♦					
REFIOM S/S	K		♦		♦					
REFIOM S/S pH ajusté	KN		♦		♦					
Cendres volantes d'IUOM	L	♦	♦		♦					

H14 du Ministère (janvier 1998) : As, Cd, Cr, Cr VI+, Cu, Sn, Hg, Ni, Pb, Zn, CN, Phénols, PCP, hydro. tot., EOX.
 Paramètres prévus dans la procédure H14 du Ministère (janvier 1998) : As, Cd, Cr, Cr VI+, Cu, Sn, Hg, Ni, Pb, Zn, CN, Phénols, PCP, hydro. tot., EOX.
 Paramètres analysés par POLDEN dans le cadre du programme RE.CO.R.D. : As, Cd, Cr, Cu, Sn, Ni, Pb, Zn.
 Paramètres dangereux dans le Décret du 15 mai 97 relatif à la classification des déchets dangereux *voir pendant au document européen*

D : classé dangereux à 100 microns mais non dangereux à 0.45 micron

Cellule ombrée : Essai non réalisé.

Losange : le déchet est considéré écotoxique vis-à-vis du test concerné par rapport au seuil fixé par le Ministère (procédure H14 de janvier 1998)
proposé

EDF*Direction des Etudes et Recherches - Département Environnement**Electricité
de France**6, Quai Watier - BP 49 - 78401 CHATOU Cedex
Tél : 01 30 87 72 44 - Télécopie : 01 30 87 81 09
Télex : 698 613 F DEREDFT - R.C.S. Paris B 552 081 317*

Date : 06/04/1998

TELECOPIE - FAX

De la part de : Murielle LEDUC - BRUNET

From :

Téléphone : 01 64 46 41 77

Phone number :

Fax number : 01 64 46 41 77

Destinataire (s) : Laurence GRELIER - VOLATIER
Jacques MEHU

Addressed to :

Fax number : 04 72 43 98 66

Nombre de page (y compris celle-ci) : 02

Veillez trouver ci-joint mes remarques sur le compte rendu de la réunion de clôture de l'étude sur la dangerosité des déchets.

Bonne réception
Cordialement
M. L.-B.



Remarques et commentaires : **Compte Rendu de la réunion de clôture de l'étude sur la dangerosité des déchets. (V/Ref :I.V/JC/C94B/03.98)**

1^{ère} remarque : notion de seuil

Dans tout le texte ainsi que dans les histogrammes, il est important de marquer : « seuils provisoires ou proposés par le Ministère de l'Environnement » et non « seuils fixés par le Ministère de l'Environnement ».

Ces seuils ne sont pas encore entérinés par le Ministère, et peuvent encore évoluer du fait des différentes études engagées. Les discussions concernant ces seuils sont encore loin d'être terminées !

2^{ème} remarque : Chapitre 3.4.

Analyse du contenu total, de l'éluat et de la fraction solide 0.45-100 microns

↳ Préciser que tous les éléments chimiques (Cr, Pb, Zn, As, Cd, Ni, et Cu) ont été dosés dans les lixiviats et les fractions solides.

En effet, dans les histogrammes, il apparaît aucune valeur pour certains déchets, on a donc l'impression que l'élément n'a pas été dosé alors que sa concentration est inférieure au seuil de détection de la méthode analytique choisie.

↳ Il serait intéressant d'ajouter dans les histogrammes les valeurs des seuils de détection.

3^{ème} remarque : Chapitre 3.4.

Points divers

↳ Concernant le choix de filtration entre 0.45µm et 100µm, il est possible d'ajouter que la filtration à 100µm ne peut s'appliquer à tous les déchets.

Certains produits peuvent avoir en granulométrie un diamètre médian inférieur à 100µm. Dans ce cas, la filtration ne permet plus de distinguer ce qui est entraîné de ce qui n'est pas entraîné dans l'environnement

4^{ème} remarque : Chapitre 3.4.

Points divers : POLDEN précisera les intervalles de confiance pour chaque essai

↳ Préciser les intervalles de confiance à 95% et à 90% s'ils ne peuvent être exprimés à 95%

↳ Préciser le logiciel utilisé pour traiter les résultats bruts et calculer les CE 50% ou 20%

5^{ème} remarque : Chapitre 3.12.

suites possibles

↳ Ajouter un 12^{ème} point

Validation des méthodes : - répétabilité des réponses sur un même échantillon pour un même test
- reproductibilité des réponses entre différent laboratoire pour un même échantillon

Direction Hygiène Sécurité Environnement

Courbevoie, le 7 Avril 1998

M. Jacques MEHU
Mme Laurence GRELIER-VOLATIER
POLDEN - CEI
27 Bd du 11 Novembre 1918

69603 VILLEURBANNE Cedex

Contrat RECORD 97-106
Critère H14 d'évaluation de la dangerosité des déchets

En complément aux remarques formulées par téléphone sur la forme du C.R. de la réunion du 10/03/98, vous trouverez ci-après d'autres commentaires :

3.6 Je ne suis pas convaincu que cette partie justifie un paragraphe. On pourrait la placer en P.S. du point 10 du paragraphe 3.12 « suites possibles » : pour info, voir l'article de J.F. FERARD...

3.12 Point 10 : en ce qui concerne le choix d'un test chronique, il ne faudra pas oublier d'étudier, à côté de daphnies 21 j et Brachionus, **daphnies 7j**. Nous sommes par ailleurs très réservés sur la pertinence du test Ceriodaphnies. Ne pas perdre de vue que le nombre de tests et leur coût doivent être limités au strict nécessaire... Nous souhaitons que POLDEN propose aussi dans cette rubrique 3.12 la poursuite de l'animation du Club européen.

Cordialement,



Patrice BARBAZA



SOLVAY
FRANCE

SOLVAY S.A. Direction régionale pour la France
Direction des Relations industrielles
12 Cours Albert 1er, 75383 Paris Cedex 08 - France
Tel : 01 40 75 81 96 Fax : 01 42 89 99 56
Pour pages manquantes, tel : 01 40 75 81 96

Nombre de pages: 01
(cette page comprise)

TELEFAX

Paris, 08/04/1998

Transmis à :

POLDEN : 04 72 43 98 66 :
Jacques Méhu et Laurence Grelier-Volatier
copie RECORD : A Navarro

De la part de :

Direction des Relations Industrielles
Jean SOUCHET

Tel. Direct : 01 40 75 80 93

Concerne : **RECORD : contrat N°97-106 : Dangerosité des déchets : compte rendu de la réunion du 10/03/98**

Bonjour, voici mes remarques :

Contenu du programme expérimental :

Il faut faire ressortir que lorsque l'on songe à des tests plantes ou vers de terre, on s'éloigne du H14 "européen" qui ne comportait que des critères aquatiques.

3.6. Je ne comprends pas bien ce §.

3.7. Proposition méthodologique du ministère pour l'évaluation de l'H14 :

Il faut bien souligner le fait que cette démarche n'a de sens que dans le cadre des autres critères H11 à H13.

La procédure proposée comporte-t-elle assez *ou trop* de tests, est-il pensable d'avoir une procédure "light" ? (bien que non spécialiste, je pense à Ceriodaphnies 7j et Brachionus).

Je demande que POLDEN établisse un tableau de synthèse avec tous les tests envisagés et pour chaque test :

les évolutions et écart constatés lors du test (vieillissement, filtration, fiabilité du labo...),

les intervalles de confiance,

les coûts et les difficultés de réalisation,

la cohérence des seuils,

le caractère européen du test.

Bon courage. Cordialement

Jean Souchet

Note : Cette télécopie est susceptible de contenir des informations confidentielles strictement réservées au destinataire indiqué ; toute utilisation ou diffusion de ces informations est strictement interdite. Si elle vous est parvenue par erreur, merci de nous en avvertir et de nous la retourner par courrier sans en conserver de copie, ou encore de la détruire.

**Direction de la Recherche****Centre d'Etudes et de Recherches sur les
Sciences et Techniques Appliquées (CERSTA)**

Vos Réf. :

Association RE.CO.R.D

Nos Réf. :

**M. CERSTA - AR n°98e0654 *WB*
Division Environnement****CEI****27, Bd du 11 novembre 1918****BP 21 32****69 603 Villeurbanne cedex**

Interlocuteur : M.

REBOIS Adeline

Téléphone :

01 49 22 57 98La Plaine Saint-Denis, le **10 AVR. 1998**Objet : **Contrat RE.CO.R.D. 97-106 / 2A : « étude de la dangerosité des déchets industriels »****Monsieur,**

Nous accusons réception du compte rendu de la réunion de clôture de l'étude 97-106/2A sur la dangerosité des déchets industriels et nous vous soumettons quelques commentaires relatifs à la présentation des résultats de cette étude.

Le Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement a proposé des valeurs seuils relatives à l'écotoxicité des déchets. Il faut noter que des études de validation de la procédure proposée par le Ministère sont en cours. Nous considérons donc que les résultats des essais d'écotoxicité menés sur les déchets sélectionnés ne doivent pas être comparés à ces valeurs limites dans la synthèse finale.

D'autre part, il nous semble important de présenter en détail les éléments relatifs à l'évaluation du caractère discriminant de la procédure H14 et à son applicabilité pour évaluer l'écotoxicité des déchets.

Nous attirons également votre attention sur le coût de la mise en oeuvre des essais d'écotoxicité et sur la nécessité de recherche d'une procédure H14 simplifiée.

Enfin, la procédure H14, définie pour les déchets, devra être réévaluée pour une application sur d'autres catégories de matériaux susceptibles d'être mis en décharge, comme par exemple les sols pollués.

Nous vous prions d'agréer, Monsieur, l'expression de nos meilleures salutations.

Le Chef de Centre**M. DARRAS**

copie à M. Jacques Méhu, INSA-Lyon, POLDEN

Pièces jointes :



B.P. 29 78440 GARGENVILLE
Tél. 01.30.98.11.11 - Fax : 01.30.98.12.76

TELECOPIE

Nombre de pages (celle-ci comprise):

2

Date: 15 avril 98

A: POLDEN
04.72.43.98.66
Copie :

De: Mme MARTIN
Téléphone: 01.30.98.11.11
Télécopie: 01 30 98 12 76

Notes: Urgent Pour information Réponse au plus vite Veuillez commenter

Compte rendu POLDEN / H14

Veillez trouver, ci-après, nos remarques sur le compte rendu de l'étude 97-106/2A du 10 mars 1998.

Point 3.4. (page 3)

Points divers

- les lixiviations ont-elles été réalisées sur 100 g de déchet sec ou sur une masse correspondant à 100 g d'équivalent sec ? ce qui est différent.

Point 3.7. (page 5)

Revoir la partie sur l'arrêté. Est-il annoncé pour 1998 ou 1999 ?

Cordialement

Isabelle MARTIN

CERED

Centre d'Essais et de Recherche sur l'Élimination des Déchets

Route de la Chapelle Réanville
B.P. 2265
27950 ST MARCEL
Tél : 02.32.21.05.79
Fax : 02.32.21.06.34

FAX

DATE	08/04/98
Nombre total de pages	1
Expéditeur	Lucie LAMBOLEZ-MICHEL
Département	FD
Destinataire	I. MARTIN
Numéro de fax	01.30.98.12.76
Objet	Commentaires / CR H14 du 10/03

Si un problème survenait lors de la transmission de ce fax, me joindre au 02.32.53.64.46

Présentation des résultats

• Il serait intéressant :

- de disposer en parallèle au tableau de synthèse (T18) d'un tableau où les « losanges » seraient remplacés par les valeurs réelles,
- de donner l'ordre de sensibilité des tests pour chacun des déchets - filtration ou non, pH ajusté ou non. Cela permettra de visualiser outre la sensibilité des tests, l'influence des paramètres filtration et pH sur les réponses.

• Nécessité de discuter des implications liées à la méthodologie - pH ajusté ou non, échantillon filtré ou non - et de l'incertitude de la mesure. Un chapitre sur le traitement des données pourrait être inclu.

Pour la suite du programme

- Thème 1 : pour H11, nécessité de définir les outils applicables aux déchets
- Thème 2 : il s'agit plutôt de discuter de la méthodologie, la procédure étant déjà « simple »
- Thème 10 : importance de définir des outils plus simples d'évaluation de la toxicité chronique sur organismes supérieurs.

Cordialement,

Lucie

**SYNTHÈSE DES COMMENTAIRES ET REMARQUES FORMULÉS PAR
LE COMITÉ DE PILOTAGE DE L'ÉTUDE 97-106/2A
À L'ISSUE DE LA RÉUNION DE CLÔTURE (10/03/98)**

Transparents présentés lors de la réunion de clôture

1- ELF ATOCHEM - Lettre du 02/04/98

Transparents T2¹ : "Mise en œuvre de la procédure H14 sur une large gamme de déchets [...]" à remplacer par "Établissement d'une méthode d'évaluation du critère H14 à partir de tests effectués sur une gamme de déchets [...]".

***Polden** : L'objectif du programme consistait non en "l'établissement d'une nouvelle méthode H14", mais l'application de la méthode existante proposée au niveau européen, adaptée dans les détails à l'avancement du projet de transcription en droit français. La recherche de nouvelles méthodes avait été exclue par le comité de pilotage :*

- *d'une part, pour ne pas interférer avec les programmes existants par ailleurs (notamment l'ADEME),*
- *d'autre part, pour que les résultats puissent être le plus possible exploitables pour le calibrage du texte du Ministère de l'Environnement vis-à-vis de la gamme de déchets testés.*

2- RHÔNE-POULENC - Lettre du 07/04/98

Transparent T17¹ : préciser à quoi se rapporte les concentrations mesurées : mg/kgMS de déchet ou de particules 0,45-100 µm.

***Polden** : ok*

¹ Copie du transparent en annexe.

Rédaction du rapport final

1- **ELF ATOCHEM** - Lettre du 02/04/98

Le rapport devrait :

- contenir une proposition méthodologique minimale H14 ou, à défaut, apporter des éléments de réponse à la question : la procédure proposée comporte-t-elle assez ou trop de tests ?
- conclure sur les différentes options techniques choisies : pH, filtration...

Polden : *Sur la base de ce programme expérimental limité à un seul échantillon de seulement 13 déchets, il n'est pas possible de "conclure" définitivement quant à la suppression éventuelle de tel ou tel test. On pourra par contre dégager les tendances en terme de sensibilité, de discriminance, de complémentarité ou au contraire de redondance. L'effet des différentes options techniques sera également commenté (pH ajusté ou non seulement pour le test Microtox et filtration 0,45 et 100 microns seulement pour trois déchets).*

- rappeler que deux autres tests ont été proposés à la normalisation en plus de Cériodaphnies-7j et Daphnies-21j : Daphnies-7j et Brachionus-48h.

Polden : *ok*

Il faudrait également définir les termes "lixiviats" et "éluats" afin d'éviter toute ambiguïté et parler de seuils "*proposés*" par le Ministère et non de seuils "*fixés*" par le Ministère.

Polden : *ok*

Quant à la synthèse destinée à être diffusée, celle-ci devra être validée par RECORD.

Polden : *ok*

2- **EDF** - fax du 06/04/98

Il est important de parler de seuils *provisaires* ou *proposés* par le Ministère de l'Environnement" et non pas de seuils *fixés* par Ministère de l'Environnement".

Polden : *ok, "proposés"*

Préciser quels sont les éléments chimiques qui ont été dosés. En effet, certains ont été dosés mais n'apparaissent pas dans les histogrammes car ils sont en quantités inférieures au seuil de détection. Préciser ces seuils sur les histogrammes.

Polden : *Les seuils de détection sont indiqués dans les tableaux de résultats. Tout élément indiqué en abscisse des histogrammes a été dosé.*

Préciser que certains déchets ont une granulométrie inférieure à 100 µm et que le déchet peut alors se retourner entièrement dans l'éluat.

Polden : ok

Préciser le logiciel utilisé pour le traitement des résultats bruts et le calcul des CE20/CE50, ainsi que les intervalles de confiance pour chaque essai.

3- **SOLVAY FRANCE** - fax du 08/04/98

Préciser qu'en incluant des tests plantes et vers de terre dans la procédure H14, on s'éloigne du H14 européen qui ne contient que des critères aquatiques.

Polden : Dans son rapport de 1994 à la DG XI, POLDEN préconisait deux niveaux de procédures :

- une procédure minimale basée sur des tests normalisés et déjà validés sur déchets, qui effectivement portaient sur une fraction aqueuse obtenue par lixiviation ;
- une procédure approfondie nécessitant des compléments d'étude, de normalisation ou de validation sur déchets et qui, quant à elle, comporterait une gamme plus large de tests, y compris les tests sur vers de terre et sur plantes.

Établir un tableau de synthèse avec tous les tests envisagés et pour chaque test :

- les évolutions et écarts constatés lors du test (vieillesse, filtration, fiabilité du labo...),
- les intervalles de confiance,

Polden : ok, mission complémentaire confiée à J.-F. Férard (résultats fin mai)

- les coûts et les difficultés de réalisation,

Polden : ok

- la cohérence des seuils entre eux,

Polden : Il n'est pas évident de déduire des résultats la cohérence ou la non cohérence des seuils. Un déchet peut parfaitement se révéler écotoxique pour une espèce et non écotoxique pour une autre du fait de la spécificité de l'effet de tel ou tel polluant sur l'organisme considéré sans que cela signifie une quelconque incohérence des seuils. La seule situation où l'on peut émettre un jugement sur un seuil, c'est quand il n'est pas discriminant (déchets tous dangereux ou aucun déchet dangereux). C'est la tendance qui a été observée pour le premier seuil du test algues à 10 % qui s'est révélé trop sévère. Le deuxième seuil proposé par le Ministère, à savoir CE 20 > 0,1 % a corrigé cet état de fait.

- le caractère européen du test.

Polden : *ok, un tableau synthétisera les niveaux de normalisation (AFNOR, CEN, ISO) des tests utilisés.*

4- MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT - Lettre du 01/04/98

Faire apparaître la valeur du pH des éluats et la forme physique des déchets dans le tableau récapitulant les résultats d'écotoxicité.

Polden : *ok*

5- GDF - fax du 10/04/98

Sachant que des études de validation de la procédure H14 sont en cours, les résultats des essais d'écotoxicité menés sur les déchets sélectionnés par le Comité de Pilotage de l'étude RECORD ne doivent pas être comparés aux seuils actuellement proposés par le Ministère de l'Environnement dans la synthèse finale.

Polden : *ok. Afin de satisfaire l'ensemble des membres, nous allons dans une première partie du rapport présenter les résultats bruts, sans référence aux seuils proposés, puis dans une deuxième partie, le positionnement des résultats par rapport à ces seuils.*

Présenter l'évaluation du caractère discriminant de la procédure H14.

Polden : *ok, uniquement pour la première phase (daphnies/microtox/algues) appliquée à l'ensemble des déchets.*

6- FRANCE DÉCHETS - fax du 15/04/98

Préciser si les lixiviations ont été réalisées sur 100 g de déchet sec ou sur une masse correspondant à 100 g d'équivalent sec.

Polden : *ok, 100 g d'équivalent sec bien sûr, conformément au projet européen.*

Préciser la date prévisionnelle de publication de l'Arrêté.

Polden : *Aucune date n'est prévue. Ce sera après la publication des résultats de l'INERIS, fin 98.*

CERED :

Présenter en parallèle du tableau de synthèse (T18)² un tableau où les losanges sont remplacés par les valeurs réelles.

Polden : ok

Classer les réponses écotoxiques des déchets pour chacun des tests - filtration ou non, pH ajusté ou non ; cela permettra de visualiser outre la sensibilité des tests, l'influence des paramètres filtration et pH sur les réponses.

Polden : ok

Discuter des implications liées à la méthodologie - pH, filtration - et de l'incertitude de la mesure. Un chapitre sur le traitement des données pourrait être inclu.

Polden : ok, chapitre sur le traitement des données de la première phase, commentaires de Jean-François Féraud sur un autre mode de traitement des données et mission complémentaire du CSE sur la détermination des CE 20 et intervalles de confiance. Procès verbaux des essais disponibles à l'Association RE.CO.R.D.

Suites possibles

1- ELF ATOCHEM - Lettre du 02/04/98

Poursuite de l'animation du club de réflexion européen.

2- EDF - fax du 06/04/98

Validation des méthodes :

- répétabilité des réponses sur un même échantillon pour un même test,
- reproductibilité des réponses entre différents laboratoires pour un même échantillon.

3- MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT - Lettre du 01/04/98 et conversation téléphonique du 12/05/98

Les résultats de RECORD donnent les indications suivantes qui devront être vérifiées :

- la sensibilité et la discriminance du test Microtox selon les différents modes opératoires possibles : pH, filtration et sa cohérence avec les autres tests (Daphnies 24h et Algues).

² Copie du transparent en annexe.

- à l'exception des boues et du gâteau de filtration de la pharmacie, les tests Daphnies et Algues permettent une évaluation quasi complète du caractère écotoxique.

Soutien scientifique et animation d'une participation de RE.CO.R.D. à la Task Force européenne.

4- GDF - fax du 10/04/98

La procédure H14, définie pour les déchets, devra être réévaluée pour une application à d'autres matériaux susceptibles d'être mis en décharge, tels que les sols pollués.

GDF souligne le coût de la mise en œuvre des essais d'écotoxicité et la nécessité de recherche d'une procédure simplifiée.

5- FRANCE DÉCHETS - fax du 15/04/98

CERED :

Remarques sur les suites possibles de l'étude formulées lors de la réunion de clôture le 10 mars 1998 :

- "H11" : nécessité de définir les outils applicables aux déchets,
- "simplification de la procédure H14" : la procédure étant déjà "simple", il s'agit plutôt de discuter de la méthodologie, notamment en ce qui concerne les tests sur solides afin de limiter la marge d'appréciation des laboratoires,
- "choix d'un test chronique" plus simple du type Brachionus.

6- RHÔNE-POULENC - Lettre du 07/04/98

Rhône Poulenc souhaite que POLDEN propose l'animation du Club de réflexion parmi les suites possibles de l'étude.

En ce qui concerne le choix d'un test chronique, il ne faudra pas oublier d'étudier, à côté de Daphnies 21 jours et Brachionus, la Daphnie 7 jours. Rhône-Poulenc est d'ailleurs très réservé sur la pertinence du test Cériodaphnies. Par ailleurs, il ne faut pas perdre de vue que le nombre de tests et leurs coûts doivent être limités au strict nécessaire.

7- SOLVAY FRANCE - fax du 08/04/98

Est-il pensable d'avoir une procédure "light" ? Le test chronique est-il indispensable ? Si oui, que dire des tests Cériodaphnies 7j et Brachionus en remplacement de la Daphnies 21j ?

Conclusion

En conclusion, nous noterons que les points suivants suscitent l'intérêt de plusieurs membres du Comité de Pilotage :

1- Élaboration d'une procédure H14 simplifiée

ATOCHEM pense que le rapport devrait contenir une procédure H14 simplifiée ou, à défaut, apporter des éléments de réponse à la question : la procédure proposée comporte-t-elle assez ou trop de tests ?

SOLVAY FRANCE s'interroge également sur la possibilité de disposer d'une procédure simplifiée et sur la nécessité d'un test chronique. Si ce dernier s'avère indispensable, il vaudrait mieux s'orienter vers un test moins cher que la Daphnies 21j : Cériodaphnies 7j, Brachionus ... GDF souligne également le coût des essais de la procédure H14 et la nécessité de recherche d'une procédure simplifiée.

FRANCE DÉCHETS (CERED) est plus réservé et pense que la procédure H14 étant déjà "simple", il s'agirait plutôt d'optimiser les méthodologies de mise en œuvre.

2- Choix du test chronique

Globalement, les commentaires de ELF ATOCHEM, SOLVAY FRANCE, FRANCE DÉCHETS (CERED) et RHÔNE POULENC conduisent à une même conclusion : il conviendrait d'envisager des tests plus simples et moins chers, tels que la Daphnie 7j ou Brachionus.

3- Seuils H14

EDF et ELF ATOCHEM précisent qu'il s'agit de seuils "*proposés*" et non "*fixés*" par le Ministère de l'Environnement.

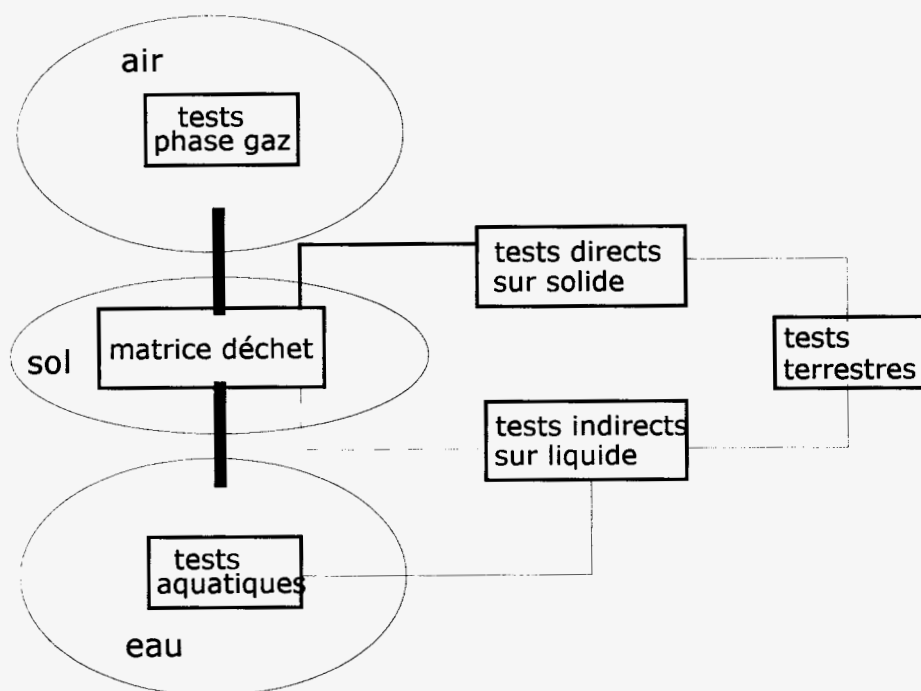
GDF est du même avis et pense même qu'à ce titre les résultats de l'étude RECORD ne devraient pas être comparés à ces seuils.

4- Options techniques : filtration, ajustement du pH...

ELF ATOCHEM, FRANCE DÉCHETS et le MINISTERE DE L'ENVIRONNEMENT souhaitent que l'influence des paramètres "filtration", "pH" soit clairement mise en évidence dans le rapport.

1) Limites de l'approche utilisée

Selon le Ministère de l'Environnement, « *il s'agit de mesurer le danger intrinsèque du déchet sur les écosystèmes aquatiques et sur les écosystèmes terrestres afin que leur élimination n'amène pas à produire des effets nocifs sur le sol, la flore et la faune, ..., à polluer l'air ou les eaux* »¹. Cette **approche globale** peut se résumer par la figure suivante :



Voyons en quoi la méthode H14 utilisée dans l'étude RECORD s'éloignerait des objectifs globaux définis ci-dessus par le Ministère lui-même ?

a) Tout d'abord, le **compartiment aérien** reste le parent pauvre de la méthode H14. En particulier, il n'y a pas dans la batterie d'essais de tests sur la phase gazeuse.

b) La méthode H14 prend en compte des effets aigus et chroniques, mais **pas les effets génotoxiques**, supposant que ceux-ci soient envisagés par le critère H11.

¹ Cf. « Critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets », Ministère de l'Environnement, janvier 1998, p. 4

c) Enfin, il est très important de pouvoir **valider et confirmer**² la capacité prédictive des tests utilisés (et des seuils définis par le Ministère de l'Environnement). En cela, l'étude ADEME « Ecocompatibilité », pilotée par POLDEN, devrait pouvoir apporter un certain nombre de réponses intéressantes.

2) Les pièges ... à éviter

Il est important de souligner qu'un certain nombre de tests, pourtant largement utilisés par ailleurs, ne sont pas à utiliser dans le cas des éluats de déchets riches en métaux (Buchholz et Landsberger, 1995) car ils sont :

- **soit incapables de révéler une éventuelle génotoxicité spécifique de certaines matrices environnementales**
- **soit connus pour sous-estimer le potentiel écotoxique des matrices testés.**

a) De nombreuses données de la littérature indiquent que les tests de mutagenèse bactériens et les tests cytogénétiques sur cellules de mammifères sont **inadéquats** pour détecter les effets génotoxiques des métaux présents dans les matrices complexes (CIRC, 1980, 1987, 1990 ; Rossman, 1995 ; Steinkellner et al., 1998).

Or diverses études récentes montrent que les **tests de phytogénotoxicité** sont capables de révéler les dommages à l'ADN causés par les métaux. Par exemple, le **test de phytogénotoxicité sur racines secondaires de *Vicia faba*** permet d'obtenir une réponse génotoxique sur des lixiviats de MIOM alors que le test d'Ames ne révèle rien (Radetski *et al.*, soumis pour publication). Les lixiviats testés étaient caractérisés par la présence de cuivre, plomb et cadmium, métaux au demeurant connus pour leur absence de réponse avec le test d'AMES.

L'utilisation du test d'Ames ne ferait donc que fournir une fausse sécurité aux décideurs.

Or, la plupart des lixiviats testés dans l'étude RECORD sont riches en métaux et susceptibles de donner des faux négatifs avec le test d'Ames. Néanmoins, il faut signaler qu'en recourant à des concentrations importantes soit par extraction organique ou lyophilisation, il est quelquefois possible d'obtenir des réponses positives sur différents types de déchets (Bessi *et al.*, 1992 ; Lambolez *et al.*, 1994), sans pour autant que ces procédures ne fassent l'objet d'une quelconque normalisation.

² " The scientific basis for using bioassays must ultimately depend upon the degree to which the accuracy of the predictions made with bioassays can be validated or confirmed in natural systems" (CAIRNS et PRATT, 1989)

Mis à part les tests de **phytogénotoxicité sur plantes tels que :**

- recherche de micronoyau sur racines secondaires de *Vicia faba*,
- recherche de micronoyau sur racines d'*Allium cepa*
- recherche de micronoyau sur cellules mères de pollen de *Tradescantia*
- recherche de micronoyau sur racines d'*Hordeum vulgare*

toute une série d'autres tests (dont certains font l'objet de projets de normalisation) sont susceptibles d'être utilisés pour mettre en évidence une exposition ou un effet génotoxique. La liste (... non exhaustive) qui suit est simplement chronologique³.

- Essai de **dommages chromosomiques** sur *Aspergillus nidulans* et essai de **réparation de l'ADN** sur *Bacillus subtilis* (Schrab *et al.*, 1993)
- **Adduits à l'ADN** sur des vers de terre (*Lumbricus terrestris*) exposés à des sols contaminés par des HAP (Walsh *et al.*, 1995)
- **Test COMET** sur *Lumbricus terrestris* et *Eisenia foetida* sur différents sols (Verschaeve et Gilles, 1995 ; Salagovic *et al.*, 1995)
- **Test micronoyau** sur *Tradescantia* avec des lixiviats de sols contaminés (Cotelle *et al.*, soumis).
- **Test MUTATOX** sur des lixiviats de déchets (Ferrari et Férard, 1998)

b) Le recours à des méthodes normalisés **ne garantit pas la justesse des résultats**. Par exemple, le milieu M4 pourtant recommandé par la récente ligne directrice OCDE relative au test daphnie 21 jours est un milieu inadéquat car il sous-estime la toxicité des métaux (et vraisemblablement de la plupart des organo-métalliques) du fait de la présence d'EDTA (Vindimian, communication personnelle ; Loizeau et Férard, résultats non publiés).

³ extrait de « *Etat de l'art de l'évaluation écotoxicologique des déchets* », Rapport d'étude ADEME réalisé par FERARD J.F. et FERRARI B., 1996,

3) Les améliorations possibles

a) Calcul des CE 20 par une méthode permettant de calculer des intervalles de confiance

Le calcul des CE 20 peut être réalisé par différentes méthodes (i.e. Isnard *et al.*, 1998).

A la demande de POLDEN ce travail a été réalisé au C.S.E. dans la deuxième quinzaine de mai 98

b) Capacité de discrimination des essais (cf. phase I, étude RECORD)

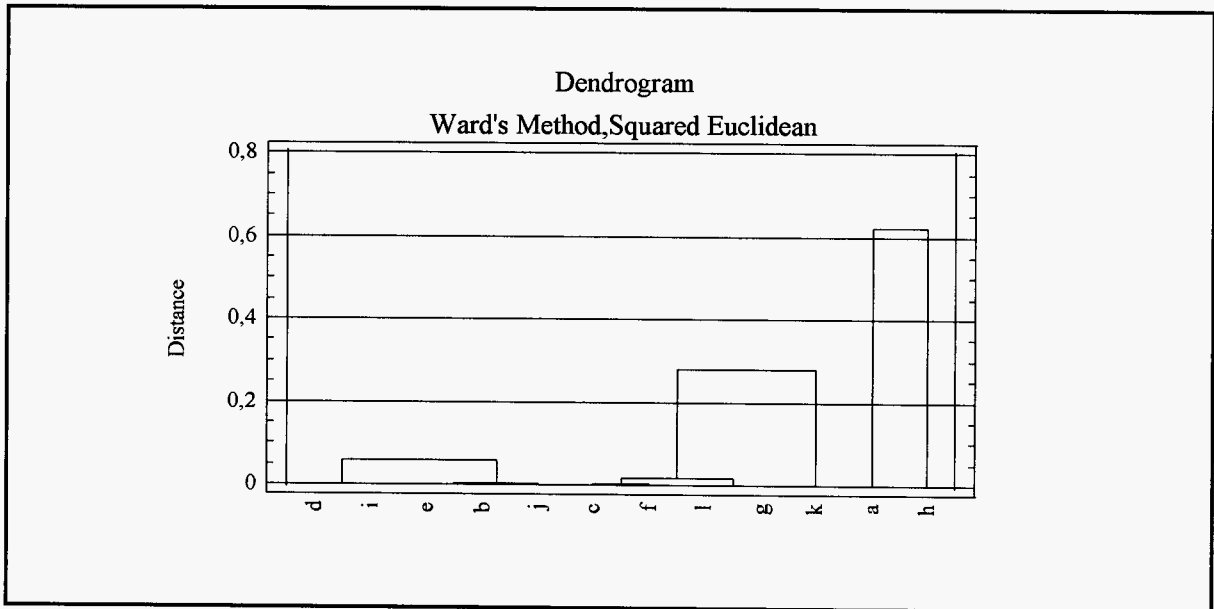
Nous avons recherché une méthode complémentaire, permettant de conforter l'approche utilisée lors de la phase I (cf. réunion du comité de pilotage du 7.10.97). Pour ce faire, nous avons appliqué sur les données la méthode de **classification ascendante hiérarchisée** (C.A.H.) qui aboutit à un dendogramme, au vu duquel il est possible de choisir le nombre « n » de classes désirées en utilisant le critère de « Ward » associé à la distance euclidienne correspondant aux différents points. Ce **choix restant arbitraire**, nous avons utilisé, pour les Daphnies et les Algues, $n = 3$ et pour le Microtox, $n = 3$ et $n = 4$ pour nous rapprocher le plus possible des nombres de groupes précédemment déterminés.

Cette **méthode** pourrait être considérée comme parfaitement **objective** à condition de décider *a priori* du nombre de classes. La décision de sélectionner 3 classes pourrait ainsi représenter :

- les déchets les moins dangereux,
- les déchets moyennement dangereux,
- les déchets les plus dangereux.

☞ *Données daphnie*

En choisissant $n = 3$, les déchets seront classés en 3 classes comme le montre le schéma suivant :

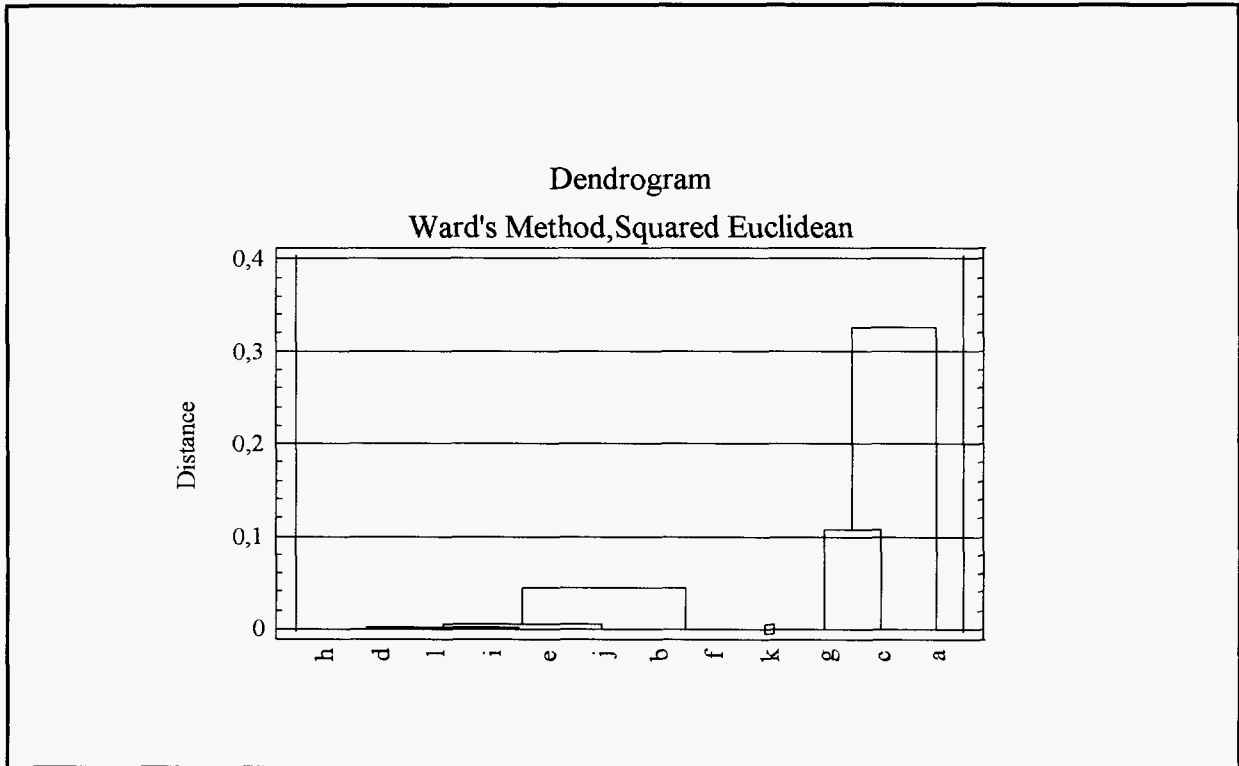


Le tableau ci-dessous résume les différents groupes obtenus par les 2 approches

	méthode C.A.H.	$f \geq 2,1$
classe 1	D ; I ; E ; B ; J	D ; I
classe 2	C ; F ; L ; G ; K	E ; B ; J ; C ; F ; L ; G ; K
classe 3	A ; H	A ; H

☞ *Données algue*

En choisissant $n = 3$, les déchets seront classés en 3 classes comme le montre le schéma suivant :

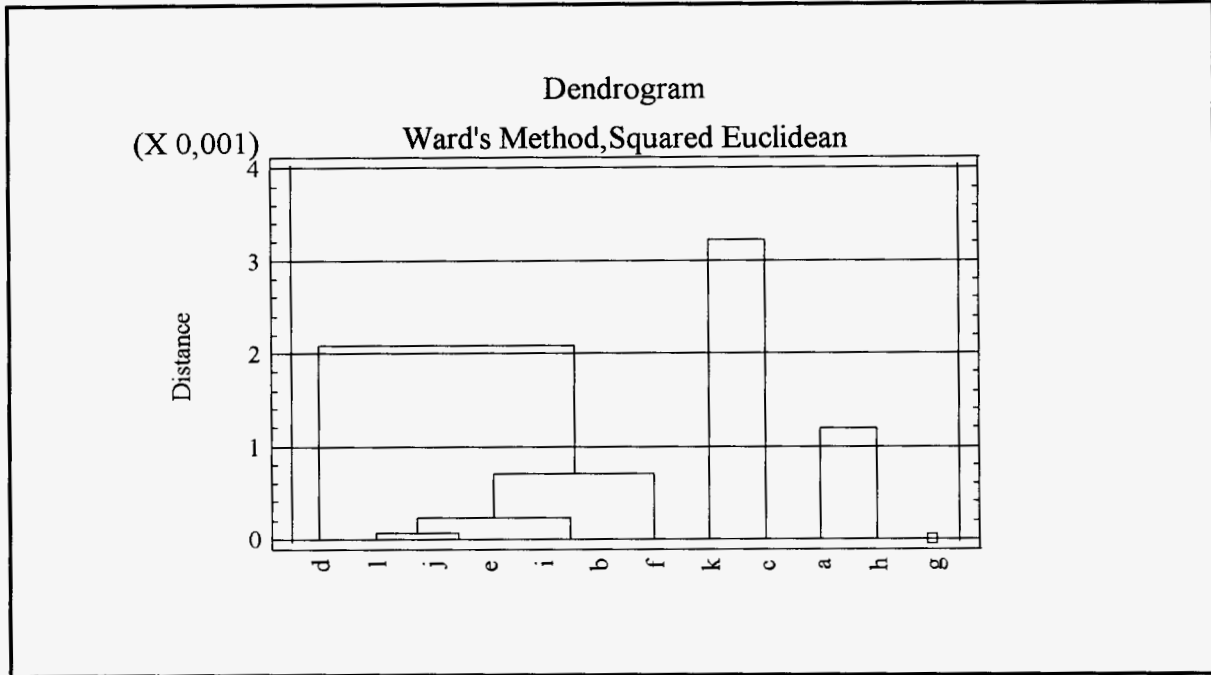


Le tableau ci-dessous résume les différents groupes obtenus par les 2 approches

	méthode C.A.H	$f \geq 2,1$
classe 1	H, D, L, I, E, J, B, F	H
classe 2	K	D ; L ; I ; E ; J ; B ; F
classe 3	G, C, A	K ; G ; C ; A

☞ *Données Microtox*

En choisissant $n = 4$, les déchets seront classés en 4 classes comme le montre le schéma suivant :



	méthode C.A.H.	$f \geq 2,1$
classe 1	D, L, J, E, I, B, F	D
classe 2	K, C	L ; J ; E ; I ; B ; F
classe 3	A, H	K ; C ; A ; H
classe 4	G	G

Le classement obtenu avec seulement 3 classes aurait été le suivant

	méthode C.A.H.
classe 1	D, L, J, E, I, B, F
classe 2	K, C, A, H
classe 3	G

Nous constatons au vu des résultats qui précèdent qu'il n'y a pas toujours recoupement entre les 2 approches et que c'est pour les algues qu'il y a le plus de divergence.

En conclusion cela ne remet pas en cause l'approche utilisée dans le rapport dans la mesure où elle est plus simple et par conséquent plus lisible.

4) Comparaison de la batterie utilisée avec les batteries d'essais décrites dans la littérature

Dans la littérature, différentes batteries ont été utilisées pour :

- l'évaluation de l'écotoxicité intrinsèque de déchets ou de percolats de décharge⁴,
- l'évaluation de divers scénarios de stockage,
- les méthodes intégrées d'évaluation des sites contaminés.

Une étude bibliographique⁵ portant sur 17 batteries recensées entre 1983 et 1995 montre qu'il y a une prédominance des tests utilisant des espèces aquatiques ou dont l'exposition se déroule en milieu aqueux car le **risque** associé à la contamination des nappes souterraines et des écosystèmes aquatiques superficiels constitue une préoccupation majeure.

Le tableau ci-dessous montre, en outre, que les tests daphnie (aigu), Microtox et algue ont été des **tests très fréquemment utilisés**, contrairement aux tests de toxicité sur organismes terrestres et plus encore par rapport au test daphnie chronique.

Tests	fréquence d'utilisation (sur 17 batteries)
Tests d'écotoxicité aquatique	17
Daphnie (24 ou 48 h)	15
Microtox (5 à 30 min)	14
Algue (72 ou 96 h)	10
Tests d'écotoxicité terrestre	4
Plantes supérieures (germination, croissance)	4
Ver de terre (survie)	3

⁴ selon la définition donnée par Clément (1994) dans sa thèse

⁵ *Etat de l'art de l'évaluation écotoxicologique des déchets*, Rapport d'étude ADEME réalisé par FERARD J.F. et FERRARI B., 1996,

5) Comparaison avec certains résultats de la littérature

a) Comparaison Microtox-daphnie :

Deux études (Calleja *et al.*, 1986 ; Lambolez *et al.*, 1994) méritent d'être signalées car elles montrent la **complémentarité** des essais Microtox et daphnie.

⇒ Calleja *et al.* (1986)⁶ ont comparé les CE 50-24 h sur *Daphnia magna* et la CI 50-5, 10 et 15 minutes sur Microtox obtenues pour 21 éluats (provenant de différents types d'éluats) réalisés sur 2 types de déchets :

- déchets provenant d'une fabrique de pesticides (présence de nombreux pesticides)
- boues d'épuration des eaux usées provenant d'ateliers d'électro-déposition (présence de métaux).

⇒ Lambolez *et al.* (1994)⁷ ont utilisé (entre autres) les deux mêmes tests sur 15 déchets industriels admis en classe I (cf. Tableau ci-après).

Origine des échantillons	nombre
Résidus de la dépollution de l'eau	
Boues de filtre presse (traitement des aciers)	1
Résidus de décantation filtration de station finale (industrie chimique)	2
Boues de filtre presse (industrie automobile)	2
Résidus de peinture	
Déchets de peinture sans phase liquide (construction mécanique)	1
Déchets de peinture sans phase liquide (construction mécanique)	2
Résidus de la métallurgie	
Crasses (fonderie des métaux non ferreux)	1
Laitiers, scories (traitement des batteries au plomb usagées)	1
Résidus d'incinération	
Mâchefers (incinération des déchets industriels)	1
Poussières fines, cendres volantes (incinération d'ordures ménagères)	1
Poussières fines, cendres volantes (incinération d'ordures ménagères)	1
Poussières de déchloration par voie semi-sèche (incinération d'ordures ménagères)	1
Matériaux souillés	
Terres souillées par des PCBs	1

⁶ Calleja A., Baldasano J.M. et Mulet A., 1986, Toxicity analysis of leachates from hazardous wastes via Microtox and *Daphnia magna*, *Toxicity Assessment*, 1, 73-83.

⁷ Lambolez L., Vasseur P., Féraud J.F. et Giesbert T., 1994, The environmental risks of industrial waste disposal : an experimental approach including acute and chronic toxicities studies, *Ecot. Environ. Safety*, 28, 317-328.

Les données de ces deux études ont été comparées selon les mêmes critères que ceux adoptés lors de l'interprétation de la première série de résultats de l'étude RECORD. Cette étude comparative (tableaux I et II) a été réalisée :

- en assimilant l'absence de réponses toxiques à une réponse positive obtenue pour un lixiviat non dilué (100%),
- en considérant comme différents les essais réalisés sur des échantillons différents du même déchet,
- en faisant l'hypothèse que les 21 éluats de l'étude de Calleja *et al.* pouvaient tout autant provenir de 21 déchets différents.

Tableau I : Caractéristiques des données de Calleja *et al.*(1986)

Critères	Microtox 30 min.	Daphnie 24 h
gamme de réponses ⁸	F= 672	F = 676 800
limite de détectabilité ⁹	0,112	62,5.10 ⁻⁶
Capacité de discrimination (f ≥ 2,1)	4 groupes	8 groupes

Tableau II : Caractéristiques des données de Lambolez *et al.* (1994)

	Microtox 30 min.	Daphnie 24 h
gamme de réponses	F = 1027	F = 167
limite de détectabilité	0,06	0,6
Capacité de discrimination	*	*

* non calculé car le nombre de données n'est pas le même dans les 2 cas.

⁸ La gamme de réponses se calcule par le facteur F entre la valeur minimale et la valeur maximale.

⁹ La limite de détectabilité correspond à la valeur minimale de CE 50 observée. Le terme de détectabilité a été ici préféré au terme de sensibilité qui correspond à une définition bien précise en contrôle-qualité.

L'analyse de ces données montre donc que, dans un cas, le test daphnie est plus sensible, offre une plus large gamme de réponse et fournit des réponses plus discriminantes que le test Microtox alors que, dans l'autre cas, le test Microtox est plus sensible et offre une plus large gamme de réponse que le test daphnie. Au vu de ces résultats, **le test daphnie et le test microtox apparaissent comme très complémentaires.**

b) Comparaison Microtox-daphnie-algue

Il s'agit cette fois de comparer les résultats de l'étude RECORD avec les résultats de Lambolez *et al.* (1994) toujours selon les mêmes critères (tableaux III et IV) :

Tableau III : Caractéristiques des données de Lambolez *et al.* (1994)

	Microtox 30 min.	Daphnie 24 h	Algue
gamme de réponses	F = 1027	F = 167	F = 148.200
limite de détectabilité	0,06	0,6	0,0005
Capacité de discrimination	4 groupes	*	7 groupes

* non calculé car le nombre de données n'est pas identiques aux 2 autres cas.

Tableau IV : Rappel des caractéristiques des données RECORD

	Microtox 30 min.	Daphnie 24 h	Algue
gamme de réponses	F = 385	F = 49,7	F = 210
limite de détectabilité	0,26	1,81	0,03
Capacité de discrimination	4 groupes	3 groupes	3 groupes

Il ressort de ces 2 tableaux que les critères sélectionnés (à partir des résultats de ces 3 tests) permettent un début d'approche typologique des déchets qu'il pourrait être intéressant d'approfondir.

6) *Ceriodaphnia dubia* ou *Daphnia magna* ?

Un **argumentaire suffisamment détaillé** a été publié récemment (cf. article joint en Annexe du rapport RECORD) pour qu'il soit inutile de revenir sur les diverses raisons techniques et scientifiques qui plaident en faveur du test *Ceriodaphnia dubia*.

a) les raisons d'un discrédit

Malgré **toutes ces bonnes raisons**, le test *Ceriodaphnia dubia* n'a malheureusement pas réellement percé en France pour toute une série de raisons liées à un certain nombre de freins. D'aucuns habitués au modèle daphnie ne souhaitent pas doubler leur capacité d'élevage et multiplier ainsi les frais liés à l'entretien d'un autre élevage. D'autres considéraient cet animal comme trop petit, le comptage des jeunes ceriodaphnies étant plus difficile que celui des jeunes daphnies. Enfin, la **difficulté d'appliquer strictement**, en France, le protocole de l'U.S. E.P.A. dans des laboratoires industriels ou de consultants a conduit aux résultats « mitigés » d'une enquête intercomparaison réalisée à la demande de l'Agence de l'Eau Rhin-Meuse.

Dans un article publié dans la revue *Environmental Toxicology and Chemistry*¹⁰, nous avons nous-mêmes démontré que le protocole qui consiste à nourrir les jeunes ceriodaphnies, au début de l'essai, avec une quantité d'algues équivalent à 3 jours de nourriture donnait des résultats beaucoup moins bons que le fait de changer les milieux et de nourrir les organismes **tous les jours**.

Contrairement à ce qu'il aurait été logique de faire, **aucune recherche ni étude n'a vraiment ensuite été soutenue** à la suite de ces travaux. Le même problème était pourtant survenu quelques années plus tôt avec le test *Daphnia magna* 21 jours pour lequel une enquête inter-comparaison européenne avait donné des résultats catastrophiques. A la suite de quoi, des recherches conséquentes avaient

¹⁰ FERRARI B. & FERARD J.F., 1996, Effects of nutritional renewal frequency on survival and reproduction of *Ceriodaphnia dubia*, *Environmental Toxicology and Chemistry*, **15**, 765-770.

abouti à l'identification d'une variabilité liée au génotype (Soares *et al.*, 1992¹¹), dont on ne sait si elle existe et quelle est son importance au niveau du test ceriodaphnie.

Dans le même ordre d'idées, d'autres travaux de recherche auraient pu être initiés et stimulés pour permettre :

- d'encourager la mise au point de dispositif de test dynamique (Lauth *et al.*, 1996¹²),
- de développer des alternatives de plus courte durée,
- de permettre une réelle normalisation de cet essai.

b) Vers une normalisation ...

Il faut privilégier un milieu artificiel qui ne contienne pas des quantités d'EDTA susceptibles d'induire une sous-estimation de la toxicité des métaux présents. **A défaut d'avoir un tel milieu**, et en s'inspirant de la toute récente norme daphnie 21 jours, il faut laisser la possibilité aux laboratoires d'utiliser un milieu naturel susceptible :

- de remplir les conditions de validité des témoins
- de ne pas sous-estimer la toxicité des métaux¹³

¹¹ SOARES A.M.V.M., BAIRD D.J. & CALOW P., 1992, Interclonal variation in the performance of *Daphnia magna* Straus in chronic bioassays, *Environmental Toxicology and Chemistry*, **11**, 1477-1483

¹² LAUTH J.R., DYER S.D., BELANGER S.E. & CHERRY D.S., 1996, A novel flow-through method for toxicity assessments using *Ceriodaphnia dubia*, *Env. Tox. and Wat. Qual.*, **11**, 335-343

¹³ A titre indicatif, une bonne approche est déjà de comparer les CL 50 48 heures obtenues sur la daphnie avec d'une part le milieu M4 et d'autre part le milieu ISO.

ANNEXE 2

Critères de danger H1 à H14 de la directive 91/689/CEE

Propriétés qui rendent les déchets dangereux

(d'après la directive du Conseil n° 91/689/CEE du 12 décembre 1991)

H1	"Explosif"	Substances et préparations pouvant exploser sous l'effet de la flamme ou qui sont plus sensibles aux chocs ou aux frottements que le dinitrobenzène.
H2	"Comburant"	Substances et préparations qui, au contact d'autres substances, notamment de substances inflammables, présentent une réaction fortement exothermique.
H3-A	"Facilement inflammable"	Substances et préparations : <ul style="list-style-type: none">• à l'état liquide (y compris les liquides extrêmement inflammables), dont le point d'éclair est inférieur à 21° C, ou <ul style="list-style-type: none">• pouvant s'échauffer au point de s'enflammer à l'air à température ambiante sans apport d'énergie, ou <ul style="list-style-type: none">• à l'état solide, qui peuvent s'enflammer facilement par une brève action d'une source d'inflammation et qui continuent à brûler ou à se consumer après l'éloignement de la source d'inflammation, ou <ul style="list-style-type: none">• à l'état gazeux, qui sont inflammables à l'air à une pression normale, ou <ul style="list-style-type: none">• qui, au contact de l'eau ou de l'air humide, produisent des gaz facilement inflammables en quantités dangereuses.
H3-B	"Inflammable"	Substances et préparations liquides, dont le point d'éclair est égal ou supérieur à 21° C et inférieur ou égal à 55° C.
H4	"Irritant"	Substances et préparations non corrosives qui, par contact immédiat, prolongé ou répété avec la peau ou les muqueuses, peuvent provoquer une réaction inflammatoire.

H5	"Nocif"	Substances et préparations qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent entraîner des risques de gravité limitée.
H6	"Toxique"	Substances et préparations (y compris les substances et préparations très toxiques) qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent entraîner des risques graves, aigus ou chroniques, voire la mort.
H7	"Cancérogène"	Substances et préparations qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent produire le cancer ou en augmenter la fréquence.
H8	"Corrosif"	Substances et préparations qui, en contact avec des tissus vivants, peuvent exercer une action destructrice sur ces derniers.
H9	"Infectieux"	Matières contenant des micro-organismes viables ou leurs toxines, dont on sait ou dont on a de bonnes raisons de croire qu'ils causent la maladie chez l'homme ou chez d'autres organismes vivants.
H10	"Tératogène"	Substances et préparations qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent produire des malformations congénitales non héréditaires ou en augmenter la fréquence.
H11	"Mutagène"	Substances et préparations qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent produire des défauts génétiques héréditaires ou en augmenter la fréquence.
H12		Substances ou préparations qui, au contact de l'eau, de l'air ou d'un acide, dégagent un gaz toxique ou très toxique.
H13		Substances et préparations susceptibles, après élimination, de donner naissance, par quelque moyen que ce soit, à une autre substance, par exemple un produit de lixiviation, qui possède l'une des caractéristiques énumérées ci-avant (H1 à H12).
H14	"Ecotoxique"	Substances et préparations qui présentent ou peuvent présenter des risques immédiats ou différés pour une ou plusieurs composantes de l'environnement.

ANNEXE 3

Procédure d'évaluation de l'écotoxicité des déchets définie par
POLDEN en 1994, à la demande de la DGXI

EVALUATION MINIMALE		
Seuils proposés	Valeurs mesurées	Analyses + bioessais BATTERIE n°1

Dérivés des valeurs existantes pour les déchets et pour les sols contaminés	Concentrations en polluants dans les déchets	Analyse chimique des composés organiques (dont les COV) et des éléments minéraux écotoxiques (liste *)
---	--	--

* Etablie sur la base des listes de substances prioritaires de l'Union Européenne et de l'EPA ainsi qu'à partir des listes de substances à surveiller dans les ambiances de travail

EVALUATION APPROFONDIE (à développer)		
Analyses + bioessais BATTERIE n°2	Valeurs mesurées	Seuils

<ul style="list-style-type: none"> → Analyse chimique (liste batterie n°1 éventuellement modifiée) → Tests sur plantes germination et croissance → Test sur vers de terre (Eisenia foetida) toxicité aiguë → Tests de génotoxicité sur plantes → Test de biodégradation et d'évolution de l'écotoxicité des déchets 	A déterminer à l'issue du programme expérimental
--	--



Dérivés des valeurs existantes pour l'admission en décharge	Concentration en polluants dans les lixiviats	Analyse chimique des lixiviats
10 %	CE 50 (30min)	Photobacterium phosphoreum toxicité aiguë
10 %	CE 50 (24h)	Test Daphnia magna toxicité aiguë
10 %	CE 50 (72h)	Test algue (Selenastrum capricornutum) test de croissance
1 %	CE 50 (21 j)	Test Daphnia magna tox. chronique (21 j) (seulement si réponse négative aux 3 tests ci-dessus)

Pour mémoire : la génotoxicité des déchets est évaluée par ailleurs : test Ames effectué pour l'application du critère H11)

<ul style="list-style-type: none"> → Analyse chimique des lixiviats → Batterie de bioessais n°1, éventuellement modifiée (*) → Tests de biodégradation et d'évolution de l'écotoxicité des lixiviats → Test de génotoxicité sur lixiviats (Tests Ames) → Tests de bioaccumulation sur lixiviats 	A déterminer à l'issue du programme expérimental
--	--

(*)
 - Possibilité de remplacer certains bioessais aigus de la batterie n°1 par des Microbiotests
 - Possibilité de remplacer le test de toxicité chronique Daphnia magna 21 jours par le test Ceriodaphnia dubia 7 jours

Déchets en l'état

Préparations spécifiques et standardisation de l'état physique

Lixiviation projet CENTC 292 (WG2)

Lixiviation - norme CEN TC 292 (WG2) ou variante ou test colonne

LAITIERS DE HAUTS -FOURNEAUX

INTERLOCUTEUR : Georges CHAHINE (Ciments Lafarge)

DATE DE PRÉLÈVEMENT : Échantillon reçu le 10/04/97

CARACTÉRISTIQUES DU DÉCHET : Laitiers de hauts fourneaux cristallisés

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE : Échantillonnage réalisé par le personnel du site

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 2 mai 1997

Constitution de 5 lots d'environ 1 kg pour :

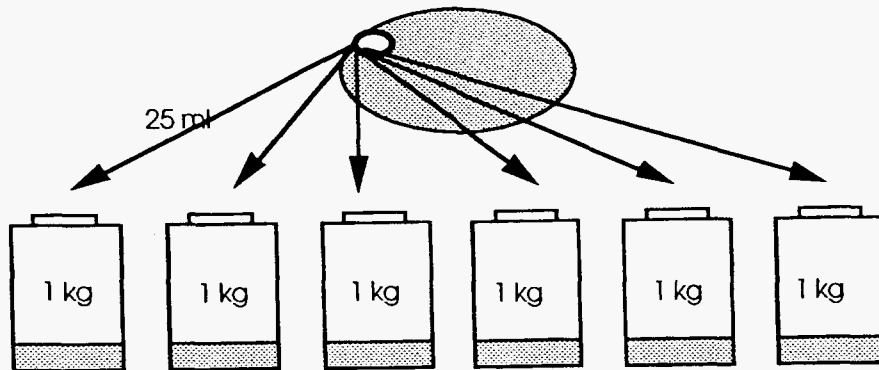
- le producteur,
- la déchèteque de POLDEN,
- les analyses sur brut,
- la lixiviation,
- la réserve en cas de problème.

Méthode de constitution des lots :

L'échantillon reçu est déversé sur une bâche plastique et soigneusement homogénéisé par retournement. Après homogénéisation, nous avons effectué deux quartages successifs en enlevant à chaque fois deux quarts opposés sélectionnés au hasard. Les deux quarts conservés à l'issue du deuxième quartage sont à nouveau homogénéisés (même méthode que précédemment).

La constitution des cinq lots est ensuite réalisée par prélèvements successifs de 25 ml. Il s'agit de prélever au même point 5 x 25 ml et de les placer respectivement dans cinq flacons. Par la suite, l'opération est renouvelée jusqu'à l'obtention de 5 lots de 1 kg.

Constitution des lots



Masse de l'échantillon reçu : environ 25 kg.

Masse éliminée par quartage :

- 1^{er} quartage : 13 kg
- 2^{ème} quartage : 7 kg

Masse conservée pour la constitution des lots : 5 kg

B**BOUE DE STATION D'ÉPURATION URBAINE NON VALORISÉE**

INTERLOCUTEUR : POLDEN

DATE DE PRÉLÈVEMENT : Jeudi 3 avril au vendredi 4 avril 1997

CARACTÉRISTIQUES DU DÉCHET : Boue de STEP* deshydratée par centrifugation.

Les gâteaux sont produits par deux centrifugeuses qui marchent en continu mais à tour de rôle.
Production journalière : 35 000 kg.

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

Constitution d'un échantillon d'environ 34 kg par prélèvements en sortie de centrifugeuse, à raison d'un prélèvement par heure durant 24 h (voir feuille de prélèvements ci-après).

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 2 mai 1997

Constitution de 5 lots d'environ 1 kg pour :

- le producteur ,
- la déchèteque de POLDEN,
- les analyses sur brut,
- la lixiviation,
- la réserve en cas de problème.

Méthode de constitution des lots :

Nous avons prélevé 210 g dans chacun des 24 prélèvements effectués lors de l'échantillonnage sur site, soit environ 5 kg. La masse ainsi prélevée a été homogénéisée par agitation manuelle dans un seau puis étalée sur une bâche plastique. Après une nouvelle homogénéisation par retournement sur la bâche, nous avons formé une galette et constitué cinq lots de 1 kg par prélèvements de 25 ml. Il s'agit de prélever 5 x 25 ml à un même endroit et de les placer respectivement dans cinq flacons différents. L'opération est ainsi renouvelée jusqu'à épuisement du tas.

* STEP : station d'épuration

OBSERVATIONS :

- La boue est pâteuse et par conséquent difficile à homogénéiser.
- La filtration à 100 μm n'a pas été possible car le filtre se colmate presque immédiatement : le lixiviat obtenu a l'aspect d'un "yaourt" et se présente comme une boue de STEP épaissie mais non centrifugée. Nous avons essayé de tamiser le lixiviat à 40 μm puis à 1 mm, mais même à ces granulométries le lixiviat passe très difficilement. Nous avons donc choisi de congeler le lixiviat pour faciliter sa filtration après décongélation. Une autre possibilité aurait été d'utiliser un filtre presse.

Suite aux problèmes de filtration, il a fallu deux lixiviations pour récupérer la quantité de lixiviat nécessaire à la réalisation des bio-essais et des analyses chimiques.

Feuille de prélèvements

Prélèvement	Masse prélevée (gramme)
6h le 3/4	1713,3
7h le 3/4	1733,8
8h le 3/4	1576,5
9h le 3/4	1598,2
10h le 3/4	1870,7
11h le 3/4	1709,2
12h le 3/4	1782,4
13h le 3/4	1802,6
14h le 3/4	1564,3
15h le 3/4	1821,2
16h le 3/4	1126,3
17h le 3/4	1311,6
18h le 3/4	1260,5
19h le 3/4	1293,3
20h le 3/4	1200,7
21h le 3/4	1172,1
22h le 3/4	1382,1
23h le 3/4	1080
24h le 3/4	984,7
1h le 4/4	1070,9
2h le 4/4	1015,4
3h le 4/4	1102,4
4h le 4/4	1198,6
5h le 4/4	1007,3
TOTAL	33378,1

C**BOUE DE STATION D'ÉPURATION URBAINE VALORISÉE**

INTERLOCUTEUR : Yvon BRIAND (ADEME)

CARACTÉRISTIQUES DU DÉCHET : Boue liquide

Il s'agit d'une boue liquide prélevée dans un silo de stockage la veille de son épandage. La station d'épuration choisie pour l'échantillonnage dessert une commune de moins de 4 000 habitants. Elle est équipée d'un système de dégrillage, d'un bassin de brassage et d'un clarificateur. En sortie du clarificateur, les boues sont dirigées vers un silo et sont stockées jusqu'à leur épandage.

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

La boue a été prélevée au niveau du silo de stockage dans lequel le système d'agitation était en route depuis 4 heures.

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON :

Congélation le jour même à -18°C dans des flacons PE de 1 et 2 litres. Avant son conditionnement, la boue a été homogénéisée par agitation manuelle.

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE :

Avant filtration, la boue est décongelée au réfrigérateur durant un week-end.

D**REFIOM**

INTERLOCUTEUR : Isabelle MARTIN (FRANCE DÉCHETS)

DATE DE PRÉLÈVEMENT : 30 avril 1997

CARACTÉRISTIQUES DU DÉCHET : REFIOMs obtenus par voie semi-humide

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

L'échantillonnage a été réalisé par les techniciens du site au niveau d'un silo de stockage. Après ouverture du silo, une certaine quantité de REFIOM s'est déversée dans un big-bag dans lequel nous avons prélevé l'équivalent de quatre seaux de 17 litres.

Remarque : Le silo dans lequel nous avons effectué nos prélèvements contenait volontairement une seule et même livraison. C'est donc bien ce REFIOM qui a été dirigé vers le malaxeur et que nous avons prélevé en sortie de traitement : échantillon K.

Quantités prélevées :

- . Seau 1 : 10,89 kg
- . Seau 2 : 12,37 kg
- . Seau 3 : 10,46 kg
- . Seau 4 : 11,13 kg

TOTAL : 44,49 kg

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 7 mai 1997

Constitution de 5 lots d'environ 1 kg pour :

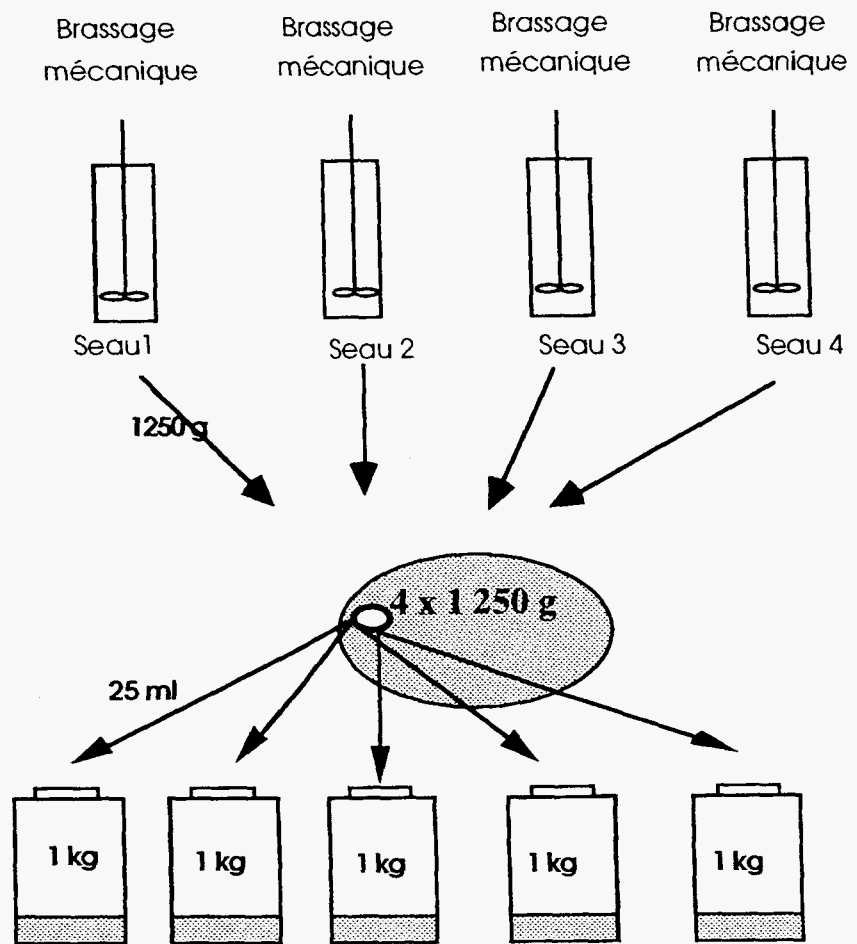
- le producteur,
- la déchèteque de POLDEN,
- les analyses sur brut,
- la lixiviation,
- la réserve en cas de problème.

Procédure suivie :

- Homogénéisation des échantillons par brassage mécanique.
 - Prélèvement de 1 250 g dans chaque échantillon.
 - Mélange et homogénéisation des quatre prélèvements de 1 250 g.
- Les cinq lots sont constitués par des séries de prélèvements de 25 ml. Chaque série de prélèvements est effectuée à un même endroit du tas jusqu'à épuisement de celui-ci (1 série = 25 ml de REFIOM dans chaque lot).

REFIOM

Constitution des lots



E**REFIDI**

INTERLOCUTEUR : Isabelle MARTIN (FRANCE DÉCHETS)

DATE DE PRÉLÈVEMENT : 30 avril 1997

CARACTÉRISTIQUES DES DÉCHETS : REFIDIs obtenus par voie sèche

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

L'échantillonnage a été réalisé par les techniciens du site au niveau d'un silo de stockage. Après ouverture du silo, une certaine quantité de REFIDI s'est déversée dans un big-bag dans lequel nous avons prélevé trois seaux de 17 litres.

Quantités prélevées :

- . Seau 1 : 8,93 kg
- . Seau 2 : 10,69 kg
- . Seau 3 : 11,83 kg

TOTAL : 31,45 kg

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 7 mai 1997

Constitution de 5 lots d'environ 1 kg pour :

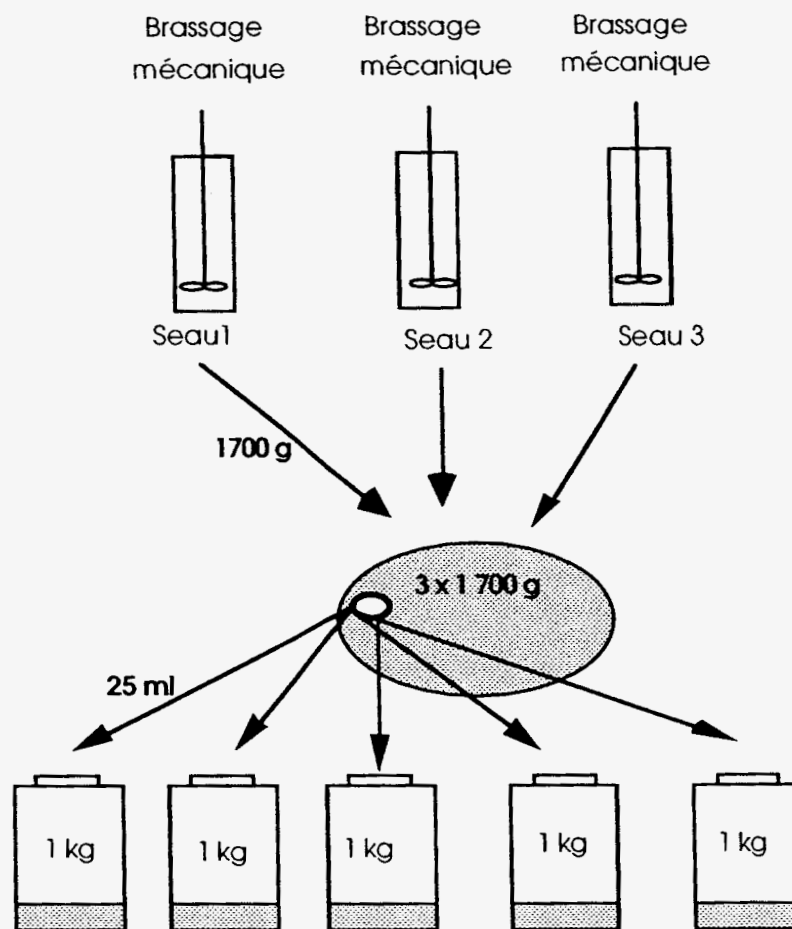
- le producteur ,
- la déchèteque de POLDEN,
- les analyses sur brut,
- la lixiviation,
- la réserve en cas de problème.

REFIDI

Procédure suivie :

- Homogénéisation des échantillons par brassage.
- Prélèvement de 1 700 g dans chaque échantillon.
- Mélange des trois prélèvements de 1 700 g.
- Constitution des 5 lots selon le même principe que les REFIDOM.

Constitution des lots



F**AUTRE GATEAU DE FILTRATION ET ABSORBANT USÉ
- GÂTEAU DE LA PHARMACIE**

INTERLOCUTEUR INDUSTRIEL : Patrice BARBAZA (RHÔNE POULENC)

DATE DE PRÉLÈVEMENT : Jeudi 17 avril 1997

CARACTÉRISTIQUES DU DÉCHET : Gâteau provenant d'un filtre rotatif

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

Production des gâteaux : Ces gâteaux proviennent de la séparation d'une solution contenant un antibiotique soluble et de son milieu de fermentation par filtration au moyen de deux filtres rotatifs.

Devenir de la solution et du gâteau : La solution, aspirée à l'intérieur des filtres rotatifs, est traitée pour extraire l'antibiotique qu'elle contient et dont le principe actif est la pristinamycine. Quant au gâteau, celui-ci est valorisé en agriculture ou dirigé vers un centre de stockage de classe II. Le producteur dispose actuellement d'une autorisation préfectorale de trois ans pour la valorisation agricole de ce gâteau.

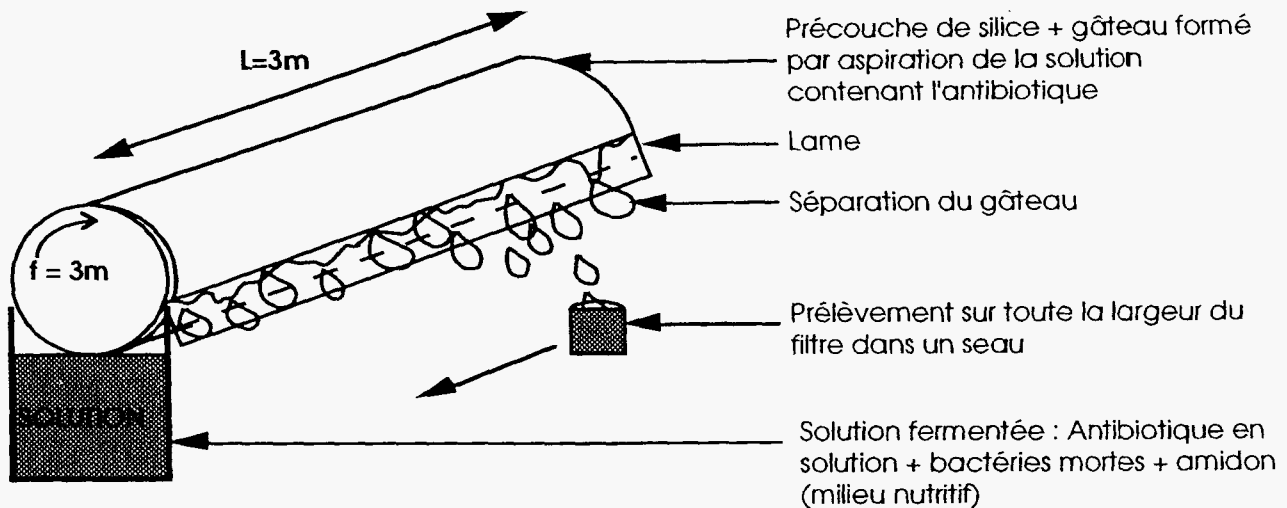
Fonctionnement des filtres : Les tambours sont recouverts d'une précouche de silice dont la mise en place se fait par rotation sous vide. Une fois que celle-ci a atteint 11 cm d'épaisseur, un produit de colmatage est ajouté pour la comprimer et empêcher ainsi le passage du gâteau. Cette précouche permet de fixer le gâteau et de le racler plus facilement du fait de l'épaississement de la couche formée par ce dernier.

En fin de cycle, les tambours sont lavés à pression atmosphérique (circulation de l'eau de l'intérieur vers l'extérieur) et sous vide (circulation de l'eau de l'extérieur vers l'intérieur). Ensuite, une nouvelle couche de silice est mise en place.

Caractéristique d'un cycle :

- Durée : 11 heures.
- Épaisseur initiale de la précouche de silice : 11 cm.
- Épaisseur finale de la précouche de silice : 1 cm.
- Épaisseur moyenne du gâteau : 2 à 3 mm.
- Masse moyenne de gâteau récupéré sur un cycle : 1,5 tonnes.

Schéma du filtre rotatif



Procédure d'échantillonnage : L'échantillonnage a été réalisé sur les deux filtres rotatifs. Ceux-ci sont alimentés par deux bassins contenant une boue identique et homogène (agitation). Par contre, les gâteaux produits ne sont pas homogènes car le taux de silice provenant de la précouche augmente au cours du cycle. L'idéal aurait donc été de prélever sur la durée totale d'un cycle mais cela n'a pas été possible car un cycle dure 11 heures. Les prélèvements ont donc été réalisés sur deux filtres F1 et F2.

F1 : Rotation : 40t/h
Avancée de la lame : 9-10 mm/h

F2 : Rotation : 39,7 t/h
Avancée de la lame : 9,6 mm/h

Les premiers prélèvements ont été réalisés sur F1 car F2 était en pause. Nous avons effectué un prélèvement toutes les 10 minutes pendant 50 minutes sur F1, puis alternativement sur F1 et F2 pendant 60 minutes et sur F2 pendant 2 heures. L'ensemble des prélèvements a donc été réalisé sur une fin de cycle (F1 : épaisseur de la précouche = 28 mm à 15 mm) et un milieu de cycle (F2 : épaisseur de la précouche = 60 mm à 28 mm).

Tableau de prélèvement

Temps	Prélèvements	Masse (kg)	F1	F2	Épaisseur de la précouche de silice (mm)	Observations
11h05	P1	2,105	✓		28 mm	F2 en pause au cours de son cycle
11h10	P2	2,270	✓			
11h15	P3	2,174	✓			
11h20	P4	2,289	✓			
11h25	P5	2,094	✓			
11h30	P6	2,082	✓			
11h40	P7	1,236	✓			Les masses prélevées sont trop importantes → un prélèvement toutes les 10 minutes et non plus toutes les 5 minutes
11h50	P8	1,155	✓		22 mm	
12h00	P9	1,142		✓	60 mm	
12h10	P10	1,259	✓			
12h20	P11	0,753		✓		
12h30	P12	0,821	✓		15 mm	
12h40	P13	1,121		✓		
12h50	P14	0,624	✓			
13h00	P15	1,040		✓	55 mm	
14h30	P16	0,922		✓	40 mm	F1 en lavage
14h40	P17	1,628		✓		
14h50	P18	1,163		✓		
15h00	P19	1,220		✓		
15h10	P20	1,125		✓	33 mm	
15h20	P21	1,103		✓		
15h30	P22	0,940		✓		
15h40	P23	0,965		✓		
15h50	P24	1,532		✓		
16h00	P25	1,410		✓	28 mm	
16h10	P26	1,522		✓		
16h20	P27	1,380		✓		
16h30	P28	1,756		✓		
MASSE TOTALE		38,831				

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 7 mai 1997

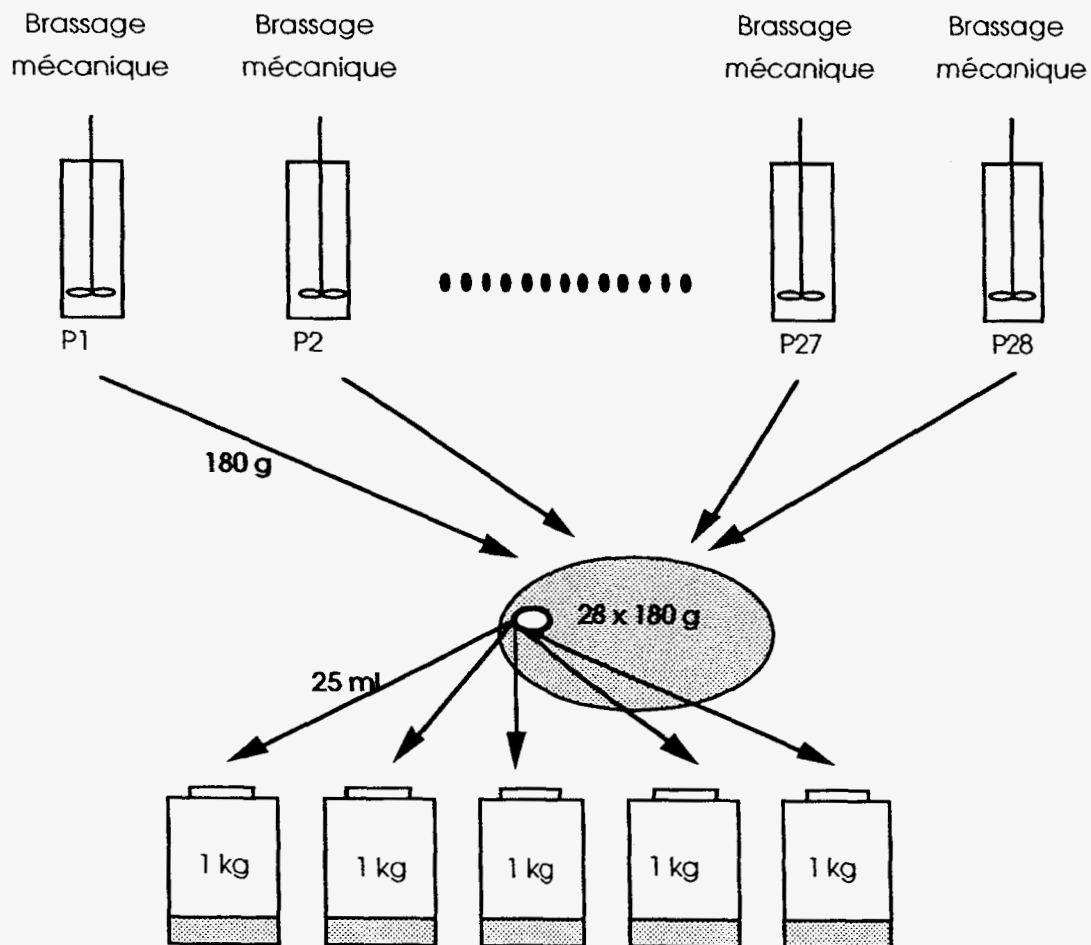
Constitution de 5 lots d'environ 1 kg pour :

- le producteur,
- la déchèteque de POLDEN,
- les analyses sur brut,
- la lixiviation,
- la réserve en cas de problème.

Procédure suivie :

- homogénéisation de chaque prélèvement par brassage,
- réduction des grosses particules à 4 mm,
- prélèvement de 180 g dans chacun des 28 échantillons (P1 à P28),
- mélange et homogénéisation des prélèvements,
- constitution de 5 lots identiques par prélèvements de 25 ml. Il s'agit de prélever au même point, 5 x 25 ml et de les placer respectivement dans cinq flacons différents. L'opération est renouvelée jusqu'à l'obtention de 5 lots de 1 kg (voir schéma).

Constitution des lots



G**CENDRES VOLANTES DE FUEL**

INTERLOCUTEUR : Isabelle MARTIN (FRANCE DÉCHETS)

DATE DE PRÉLÈVEMENT : 30 avril 1997

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

Les cendres volantes de fuel sont stockées dans des big-bag. Les prélèvements (P) ont été réalisés directement dans neuf big-bag sélectionnés au hasard.

Quantités prélevées :

- . P1 : 4,240 kg
- . P2 : 4,285 kg
- . P3 : 5,175 kg
- . P4 : 3,045 kg
- . P5 : 4,595 kg
- . P6 : 4,950 kg
- . P7 : 8,600 kg
- . P8 : 8,205 kg
- . P9 : 6,355 kg

TOTAL : 49,45 kg

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 7 mai 1997

Constitution de 5 lots d'environ 1 kg pour :

- le producteur,
- la déchèteque de POLDEN,
- les analyses sur brut,
- la lixiviation,
- la réserve en cas de problème.

Procédure suivie :

- Homogénéisation des échantillons P1 à P9 par brassage mécanique.
- Prélèvement de 560 g dans chaque échantillon.
- Mélange des neufs prélèvements de 560 g.
- Constitution de 5 lots identiques selon le même principe que le gâteau de filtration (échantillon F).

H**BOUE PROVENANT DU TRAITEMENT IN SITU DES
EFFLUENTS INDUSTRIELS DE LA CHIMIE MINÉRALE**

INTERLOCUTEUR : Jean-Louis CROS (ATOCHEM)

DATE DE PRÉLÈVEMENT : 10 avril 1997

CARCTÉRISTIQUES DU DÉCHET : Boue d'hydroxide d'aluminium séchée.

Cette boue provient du traitement d'un gaz (AlCl_3) généré lors de la fabrication d'un produit et qui ne peut pas être rejeté tel quel à l'air. Le gaz est piégé par lavage à l'eau. Cette phase est suivie d'une neutralisation, d'une floculation, d'une décantation et d'un séchage à la vapeur (110°C) par vis séchante.

Production annuelle : 115 tonnes en 1996.

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

Le prélèvement a été réalisé dans la benne (6 m^3) dans laquelle tombe la boue séchée. Nous n'avons pas pu effectuer un prélèvement sur flux en sortie de production car les quantités produites ce jour là étaient insuffisantes ($< 5 \text{ kg}$ de 11 h 30 à 15 h 30). La benne, en place depuis le 13 mars, était pleine.

Prélèvement par carottage :

- . Quadrillage de la benne.
- . Deux prélèvements par carré à la surface, à 40 cm et à 1 m de profondeur. Les prélèvements à la surface ont été réalisés avec une petite pelle.

Quantités prélevées :

- . Masse prélevée avec la tarière : 250 g
- . Seau 1 (surface) : 12,835 kg
- . Seau 2 (40 cm) : 11,840 kg
- . Seau 3 (1 m) : 10,240 kg

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 2 mai 1997

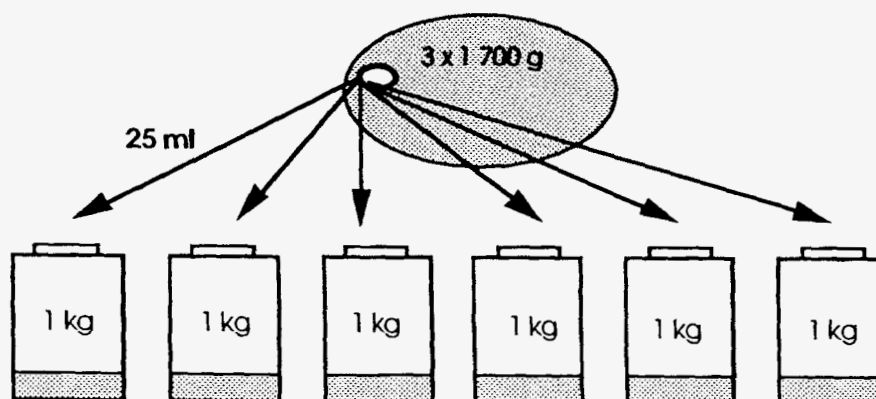
Constitution de 5 lots d'environ 1 kg pour :

- le producteur,
- la déchèteque de POLDEN,
- les analyses sur brut,
- la lixiviation,
- la réserve en cas de problème.

Procédure suivie :

- . homogénéisation de chaque seau par brassage et retournement,
- . prélèvement de 1 700 g de boue dans chacun des trois seaux,
- . mélange et homogénéisation des trois prélèvements,
- . constitution des 5 lots par prélèvement de 25 ml. Il s'agit de prélever au même point, 5 x 25 ml et de les placer respectivement dans cinq flacons. L'opération est renouvelée jusqu'à l'obtention de 5 lots de 1 kg (voir schéma).

Constitution des lots



1**MACHEFERS D'ORDURES MÉNAGÈRES ET ASSIMILÉS
DE CATÉGORIE "V"**

INTERLOCUTEUR : Philippe JALVY (CREED)

DATE DE PRÉLÈVEMENT : Jeudi 6 mai 1997

CARACTÉRISTIQUES DU DÉCHET :

Il s'agit de mâchefers généralement "V" et parfois "M" à cause de la fraction soluble. Après maturation sur un autre site, les MIOM "M" ont une fraction soluble convenable pour être classés "V".

En sortie de production, les mâchefers sont déferrailés par tri magnétique et débarrassés des métaux non ferreux (cuivre et aluminium) par courant de Foucault.

- . Capacité d'incinération : 105 000 t/an.
- . Tonnage réellement incinéré : 80 000 t/an.
- . Production annuelle de mâchefers : 27 à 28 % du tonnage d'ordures ménagères incinérées.
- . Matériaux collectés séparément sur la zone desservie : Verre et emballages plastique / papier-carton / métallique sur quelques communes.

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

Après séparation des métaux ferreux et non ferreux, les mâchefers sont déversés dans un hangar. Le prélèvement a été réalisé à cet endroit sur un tas en place depuis la veille. Un prélèvement sur flux n'était pas envisageable sans charriot élévateur du fait de la hauteur (10 m) du tapis roulant par lequel les mâchefers sont acheminés dans le hangar.

Nous avons effectué trois séries de prélèvements (P1, P2 et P3) à la pelle et à des hauteurs différentes du tas :

- au sol (production de la veille) : P1,
- à mi-hauteur (production du jour) : P2,
- au sommet (production du moment) : P3.

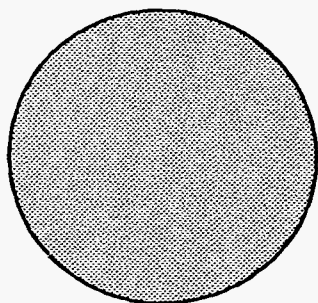
Les quantités prélevées ont été réduites à 1/8 par trois quartages successifs au cours desquels nous avons systématiquement conservé deux quarts opposés sélectionnés au hasard.

Masse conservée après quartage :

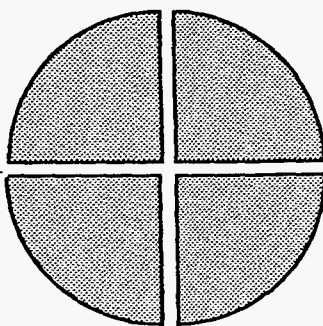
- . M 1 : 22,2 kg (quartage de P1)
- . M 2 : 19,4 kg (quartage de P2)
- . M 3 : 20,2 kg (quartage de P3)

Schéma du quartage

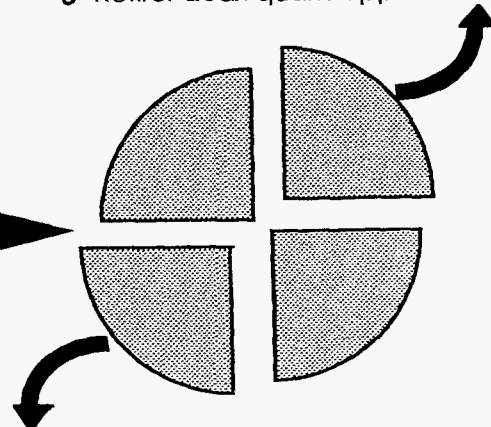
1- Former une galette circulaire



2- Diviser la galette selon deux diamètres perpendiculaires



3- Retirer deux quarts opposés



STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 7 au 12 mai 1997

Constitution de 5 lots d'environ 1 kg pour :

- le producteur,
- la déchèteque de POLDEN,
- les analyses sur brut,
- la lixiviation,
- la réserve en cas de problème.

Procédure suivie :

- Homogénéisation des échantillons par brassage.
- Prélèvement de 2 kg de mâchefer dans chacun des trois seaux.
- Étalement en couche mince sur une bâche plastique des "2 x 3 kg" de mâchefers et séchage à l'air libre pendant trois jours.
- Après séchage :
 - . séparation des métaux ferreux et non ferreux résiduels,
 - . tri granulométrique de la fraction restante en quatre fractions : < 4 mm, 4 - 8 mm, 8 - 31 mm et > 31 mm.
- Réduction à 4 mm des fractions 4-8 mm et 8-31 mm, à l'aide d'un concasseur à mâchoires.

Les métaux et la fraction supérieure à 31 mm ne rentrent pas dans la reconstitution de l'échantillon à analyser.

Masse des quatre tranches granulométriques et des métaux :

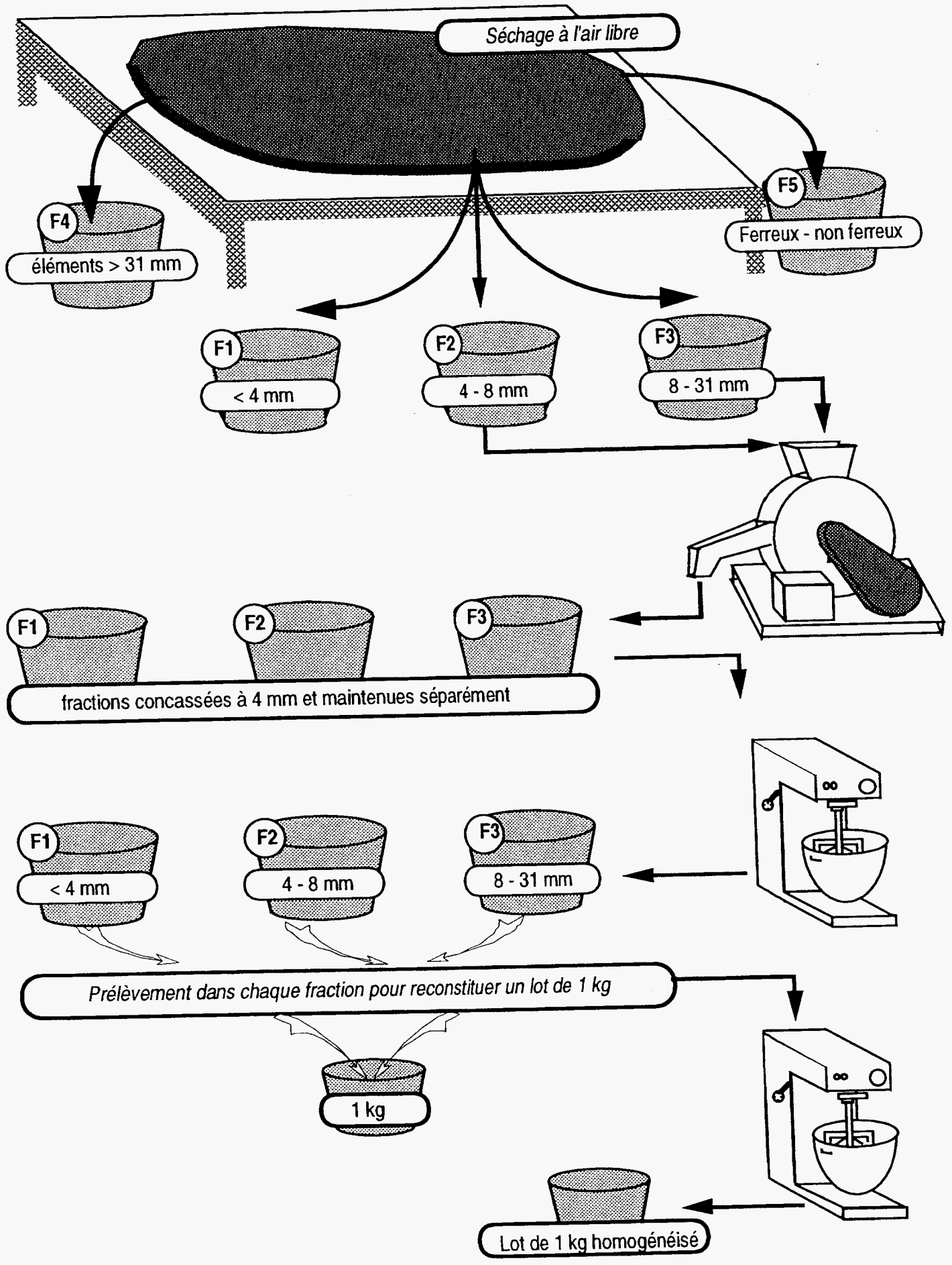
F1- < 4 mm :	2 169,00 g	soit 45,84 %
F2- 4 à 8 mm :	979,70 g	soit 20,71 %
F3- 8 à 31 mm :	1 583,00 g	soit 33,45 %
		100 %

F4- > 31 mm :	28,30 g
F5- Métaux :	130,39 g

Constitution des lots de 1 kg

- Reconstitution du mâchefer par prélèvements de "x", "y" et "z" grammes dans les fractions F1, F2 et F3 réduites à 4 mm et homogénéisées séparément.

En conséquence, un lot de 1 kg est constitué par : 458,40 g de la fraction inférieure à 4 mm, 207,10 g de la fraction comprise entre 4 et 8 mm et 334,50 g de la fraction comprise entre 8 et 31 mm.



J**MÂCHEFERS D'ORDURES MÉNAGÈRES ET ASSIMILÉS
DE CATÉGORIE "S"**

INTERLOCUTEUR : Philippe JALVY (CREED)

DATE DE PRÉLÈVEMENT : 18 avril 1997

CARACTÉRISTIQUES DU DÉCHET :

Il s'agit de MIOM non déferrailés généralement "S" et non pas "M" à cause du COT.

Tonnage d'ordures ménagères incinérées par jour : 100 tonnes.

Production journalière de mâchefers : 30 à 35 tonnes.

Matériaux collectés séparément sur la zone desservie : le verre uniquement.

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

En sortie de production, les mâchefers sont déversés à l'extérieur sur un emplacement réservé à cet effet. L'échantillonnage a été réalisé en sortie de production durant cinq heures à raison d'un prélèvement toutes les dix minutes.

Au total, 53 prélèvements ont été effectués (P1 à P53). Après regroupement des prélèvements d'une même heure, nous avons réalisé deux quartages ⁽¹⁾ successifs en conservant deux quarts lors du premier quartage et un quart lors du deuxième quartage. Par ailleurs, les mâchefers étant non déferrailés, nous avons séparé les métaux en vue des opérations de sous-échantillonnage. Les papiers ont également été triés.

Quantités prélevées :

. 9h00 à 9h55 : P1 à P12	(2)Échantillon A : 10,065 kg
. 10h05 à 10h55 : P12 à P23	Échantillon B : 8,495 kg
. 11h05 à 11h55 : P24 à P33	Échantillon C : 3,585 kg
. 13h15 à 13h55 : P34 à P43	Échantillon D : 6,920 kg
. 14h05 à 14h55 : P44 à P53	Échantillon E : 2,505 kg
. P54 et P55 ⁽³⁾	Échantillon F : 8,110 kg
TOTAL	39,680 kg
. Masse de papiers récupérés de 9 h 00 à 14 h 55	0,380 kg

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

(1) Schéma du quartage dans la fiche concernant les MOIMs V.

(2) Masses après quartage.

(3) Masse prélevée sur une plaque métallique placée sous le tapis roulant.

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 5 au 20 mai 1997

Constitution de 5 lots d'environ 1 kg pour :

- le producteur,
- la déchèteque de POLDEN,
- les analyses sur brut,
- la lixiviation,
- la réserve en cas de problème.

Procédure suivie :

- Homogénéisation des échantillons par brassage et retournement.
- Prélèvement de 1,5 kg de mâchefer dans chacun des six échantillons (A à F).
- Étalement en couche mince sur une bâche plastique des "1,5 x 6 kg" de mâchefer et séchage à l'air libre pendant trois jours.
- Après séchage :
 - . séparation des métaux ferreux et non ferreux résiduels,
 - . tri granulométrique de la fraction restante en quatre fractions : < 4 mm, 4 - 8 mm, 8 - 31 mm et > 31 mm.
- Réduction à 4 mm des fractions 4-8 mm et 8-31 mm, à l'aide d'un concasseur à mâchoires.

Les métaux et la fraction supérieure à 31 mm ne rentrent pas dans la reconstitution de l'échantillon à analyser.

Schéma de la procédure dans la fiche concernant les MIOM "V".

Tri granulométrique et séparation des métaux :

F1- < 4 mm :	3 628,05 g	soit 50,82 %
F2- 4 à 8 mm :	925,22 g	soit 12,95 %
F3- 8 à 31 mm :	2 586,07 g	soit <u>36,22 %</u>
		100 %

F4- > 31 mm :	177,98 g
Métaux résiduels	279,52 g

Constitution des lots de 1 kg

- Reconstitution du mâchefer par prélèvement de "x", "y" et "z" grammes dans les trois fractions conservées, réduites à 4 mm et homogénéisées séparément.

En conséquence, un lot de 1 kg est constitué par : 508,20 g de la fraction inférieure à 4 mm, 129,50 g de la fraction comprise entre 4 et 8 mm et 362,20 g de la fraction comprise entre 8 et 31 mm.

Schéma de la procédure dans la fiche concernant les MIOM "V".

K**REFIOM S/S AVEC UN LIANT HYDRAULIQUE**

INTERLOCUTEUR : Isabelle MARTIN (FRANCE DÉCHETS)

DATE DE FABRICATION : 30 avril 1997

CARACTÉRISTIQUES DU DÉCHET :

REFIOM semi-humide S/S avec un liant hydraulique. Il s'agit du même REFIOM que celui qui a été prélevé en l'état.

Données FRANCE DÉCHETS :

- . Fraction soluble à 6 jours : 11,5 %
- . Fraction soluble à 12 jours : 10,1 %

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE :

En sortie du malaxeur, les déchets S/S sont coulés dans une benne qui va ensuite déverser à un emplacement déterminé du site. Les prélèvements ont été réalisés à la pelle dans un de ces camions puis stockés sur le site de production en attendant d'être envoyés à POLDEN le 12 mai, c'est-à-dire 12 jours après leur fabrication. La date d'envoi du déchet S/S a été fixée par France Déchets qui, après mesure de la fraction soluble, a estimé que la maturation était atteinte.

Quantités prélevées :

- . 2 bacs de 8 litres (type Tupperware)

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE : 20 juin 1997

- . Carottage d'éprouvettes 4 x 4 x 8 cm.
- . Masse moyenne d'une éprouvette : 250 g.

L**CENDRES VOLANTES D'UOM**

INTERLOCUTEUR : Jacques MÉHU (POLDEN)

DATE DE PRÉLÈVEMENT : Échantillon reçu le 19/06/97

PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONNAGE : Échantillonnage réalisé par le producteur.

Nous avons reçu 50 kg de cendres volantes d'UOM réparties dans trois seaux.

STOCKAGE DE L'ÉCHANTILLON : Chambre froide

PROCÉDURE DE SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE :

Après homogénéisation, nous avons prélevé 2 kg de cendres volantes dans chaque seau. Ces prélèvements (2 x 3 kg) ont été mélangés et homogénéisés avant de constituer cinq lots identiques destinés aux analyses chimiques et bio-essais.

Ces lots ont été constitués selon la même procédure que celle appliquée pour les REFIDI (Fiche E).

ANNEXE 5

Calendrier des opérations d'échantillonnage, sous-échantillonnage,
lixiviation et des bio-essais

**Calendrier des opérations d'échantillonnage, sous-échantillonnage,
lixiviation et des bio-essais**

Déchets	Échantillonnage	Sous- échantillonnage	Lixiviation	Bio-essais (première série*)
Boue à caractère non dangereux provenant du traitement in situ des effluents (chimie minérale)	10.04.97	02.05.97	09.06.97	10 au 16.06.97
Gâteaux de filtration et absorbants usés (gâteau de pharmacie)	17.04.97.	07.05.97	02.06.97	03 au 09.06.97
Laitiers de hauts fourneaux (laitiers cristallisés)	reçu	02.05.97	26.05.97	27 au 30.05.97
MIOM de catégorie V	06.05.97	07 au 12.05.97	09.06.97	10 au 16.06.97
MIOM de catégorie S	18.04.97	5 au 20.05.97	23.06.97	24 au 30.06.97
Cendres volantes de fuel	30.04.97	07.05.97	09.06.97	10 au 16.06.97
Cendres volantes d'UIOM	reçu le 19.06.97	?	23.06.97	24 au 30.06.97
REFIOM (semi-humide)	30.04.97	07.05.97	02.06.97	03 au 09.06.97
REFIDI (sec)	30.04.97	07.05.97	02.06.97	03 au 09.06.97
Déchet industriel spécial S/S avec un liant hydraulique (REFIOM précédent)	30.04.97	20.06.97 (carottage)	23.06.97	24 au 30.06.97
Boue provenant du traitement des eaux usées urbaines (boue liquide valorisée en agriculture)	21.03.97	21.03.97	Filtration le 02.06.97	03 au 09.06.97
Boue provenant du traitement des eaux usées urbaines (boue déshydratée non valorisée)	04.04.97	02.05.97	02.06.97	03 au 09.06.97

* Première série : Microtox, Daphnie 24h, Algue.

ANNEXE 6

Conditions de lixiviation (phase1)

Tableau 4
Conditions de mise en œuvre de la procédure de lixiviation

	MS lixiviée (g)	Volume d'eau ajouté (ml)	Volume de lixiviat récupéré (ml)
Laitiers de hauts-fourneaux	600	5 939	5 800
Boue non valorisée	700 x 2*	5 582 x 2*	5 280
Boue valorisée	-	Filtration	Filtration
REFIDI	700	6 995	6 730
REFIOM	700	7 000	6 700
Gâteau de pharmacie	700	5 444	4 960
Cendres volantes de fuel	700	6 102	5 820
Boue industrielle	600	5 515	4 900
MIOM V	600	5 994	5 900
MIOM S	600	5 987	5 880
REFIOM S/S	935	12 240	12 180
Cendres volantes d'UIOM	700	7 000	6 520

* La première lixiviation ne nous a pas permis de récupérer le volume nécessaire à la réalisation des bio-essais et des analyses chimiques. Par conséquent, une deuxième lixiviation a été effectuée.

ANNEXE 7

Présentation détaillée des résultats des bio-essais des phases 1 et 2

Tableau 7.2 : Présentation des résultats des tests d'écotoxicité de la phase 1 en Unité Toxique : Daphnies 24 h, Microtox et Algues sur lixiviats 100 µm

Tableau 7.3 : Présentation des CE50-24 h (Daphnies), CI50-30' (Microtox) et CE20-72 h (Algues) avec leurs intervalles de confiance respectifs - Phase 1

Tableau 23.2 à 26.2 : Présentation des résultats des tests d'écotoxicité de la phase 2 en Unité Toxique

Tableau 23.3 à 26.3 : Présentation des CE50-24 h (Daphnies), CI50-30' (Microtox), CE20-7 j (Cériodaphnies), CE20-72 h (Algues), CE50-14 j (Plantes) avec leurs intervalles de confiance : Phase 2

Tableau 7.2 :

Résultats des tests d'écotoxicité de la phase 1 en Unité Toxique :
Daphnies 24h, Microtox, Algues sur éluats filtrés à 100 microns

Désignation	pH	DAPHNIES CE50-t (UT)	MICROTOX à pH réel CI50-t' (UT)				MICROTOX à pH ajusté CI50-t' (UT)				ALGUES CE20- t (UT)*
			5'	15'	30'	60'	5'	15'	30'	60'	
Laitiers de hauts fourneaux	A 11,9	24h	9,8	11,5	11,8	-	<1,3	<1,3	<1,3	60'	72h
Boues de STEP non valorisées	B 8	14	45,5	60,1	77	-	Ajustement pas nécessaire				434,8
Boues de STEP valorisées	C 7	8	18,94	17,22	17,7	16,8	Ajustement pas nécessaire				29,2
REFIOM	D 13,62	55	345	395	382	-	11,49	15,65	23,33	204	2941,2
REFIDI	E 13,32	15	90	98,08	98,01	-	<1,3	<1,3	<1,3	3,09	909,1
Gâteau de filtration de la pharmacie-1	F1 4,77	7	69,9	63,5	58,1	-	32,63	29,3	32,81	-	285,7
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2 8,03	29,8	28,7	48,3	61,3	-	Ajustement pas nécessaire				nd
Cendres volantes de fuel	G 7,76	6	<1,3	<1,3	<1,3	<1,3	Ajustement pas nécessaire				36,5
Boue industrielle	H 5,22	<1	2,4	6,82	10,65	-	2,3	7,44	8,86	12,22	7692,3
MIOM V	I 11,31	37	65,24	80,73	83,01	-	21,74	39,67	45	-	1562,5
MIOM S	J 11,32	12	68,08	93,2	99,99	-	25,88	55,76	72,62	-	1315,8
REFIOM S/S	K 12,69	3	23,48	23,41	23,24	-	Voir échantillon KN				59,5
REFIOM S/S pH ajusté	KN 8,27	<1	Voir échantillon K				<1,3	<1,3	<1,3	1,7	68,5
Cendres volantes d'IUOM	L 11,55	7	9,98	36,8	133,7	-	2,04	4,1	28,65	-	2222,2

nd : essai non réalisé

* : CE20 déterminées par le CSE

Tableau 7.3

Présentation des CE50-24h (Daphnies), CE50-30' (Microtox), CE20-72h (Algues) en % avec leurs intervalles de confiance respectifs

	A	B	C	D	E	F1	F2	G
Laitiers de hauts fourneaux								
Boues de STEP non valorisées								
Boues de STEP valorisées								
REFIOM								
REFIDI								
Gâteau de filtration de la pharmacie-1								
Gâteau de filtration de la pharmacie-2								
	Cendres volantes de fuel	Boue industrielle	MIOM V	MIOM S	REFIOM S/S	REFIOM S/S pH ajusté	Cendres volantes d'IUOM	

Déchets	Daphnies 24h		ALGUES 72h		Microtox 30' pH réel		Microtox 30' pH ajusté	
	Borne -	Borne +	Borne -	Borne +	Borne -	Borne +	Borne -	Borne +
A	62,78	72,03	2,27	4,44	7	10,3	-	-
B	6,75	7,66	0,14	0,32	1,15	1,5	Ajustement pas nécessaire	
C	7,38	27,47	2,92	3,94	5,3	6	Ajustement pas nécessaire	
D	1,53	2,23	0,023	0,045		1,26	3,38	4,29
E	6,36	7,28	0,06	0,16	0,75	1,37		>75
F1	12,7	14,7	0,17	0,52	1,41	2,1	2,66	3,05
F2	2,67	4,27	-	-	1,44	1,84	Ajustement pas nécessaire	
G	12,21	19,71	1,7	3,78	-	-	Ajustement pas nécessaire	
H	-	>90	0,009	0,016	8,77	10,05	9,22	11,29
I	2,33	3,1	0,051	0,078	0,99	1,45	2,15	2,22
J	6,53	10,79	0,034	0,118	0,81	1,23	1,29	1,38
K	25,18	32,61	0,83	2,52	1,25	14,75	Voir échantillon KN	
KN	-	>90	0,49	2,43	Voir échantillon K		-	>75
L	13,79	18,41	0,033	0,056	0,65	0,86	2,23	3,49
								5,46

Tableaux 23.2 à 26.2

Présentation des résultats des tests d'écotoxicité de la phase 2 appliqués à trois déchets de la phase 1, en Unité Toxique :

Tableau 23.2 : Tests Cériodaphnies sur éluats filtrés à 100 microns - résultats exprimés en UT

Désignation	CERIODAPHNIES CE20-7j (UT)
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2 2000,0
Cendres volantes de fuel	G 270,3
Boue industrielle	H 769,2

Tableau 24.2 : Tests d'écotoxicité aiguë sur éluats filtrés à 0,45 micron - résultats exprimés en UT

Désignation	DAPHNIES CE50-t (UT)	MICROTOX à pH non ajusté CI50-t' (UT)				MICROTOX à pH ajusté CI50-t' (UT)				
		24h	5'	15'	30'	60'	5'	15'	30'	60'
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2	35	19,56	28,7	34,1	-	Ajustement pas nécessaire			
Cendres volantes de fuel	G	3	<1,3	<1,3	<1,3	<1,3	<1,3	<1,3	<1,3	<1,3
Boue industrielle	H	<1	<1,3	<1,3	<1,3	6,66	Ajustement pas nécessaire			

Tableau 25.2 : Tests d'écotoxicité chronique sur éluats filtrés à 0,45 micron - résultats exprimés en UT

Désignation	ALGUES CE20-t (%)	CÉRIODAPHNIES CE20-t (%)	
		72h	7 jours
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2	74,1	588,2
Cendres volantes de fuel	G	54,1	96,2
Boue industrielle	H	72,5	181,8

Tableau 26.2 : Tests d'écotoxicité sur matrices solides - résultats exprimés en UT

Désignation	PLANTES-14 j		VERS DE TERRE -14 j	
	ORGE CI50 (%)	LAITUE CI50 (%)	CE50 (%)	
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	F2	22,2	40,0	valeur
Cendres volantes de fuel	G	2,2	2,6	8,8
Boue industrielle	H	5,6	10,6	9,3

Tableaux 23.3 à 26.3

Présentation des résultats des tests d'écotoxicité de la phase 2 : valeurs moyennes et intervalles de confiance

Tableau 23.3 : Tests Cériodaphnies sur éluats filtrés à 100 microns - résultats exprimés en % d'éluat

	CÉRIODAPHNIES 7j	
	Borne -	Borne +
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	0,05	0,17
Cendres volantes de fuel	0,21	0,53
Boue industrielle	0,07	0,19

Tableau 24.3 : Tests d'écotoxicité aiguë sur éluats filtrés à 0,45 micron - résultats exprimés en % d'éluat

Désignation	DAPHNIES CE50-24h (%)		MICROTOX à pH réel CI50-30' (%)		MICROTOX à pH ajusté CI50-30' (%)	
	Borne -	Borne +	Borne -	Borne +	Borne -	Borne +
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	2,61	3,20	2,73	3,15	-	-
Cendres volantes de fuel	26,60	35,22	-	-	-	-
Boue industrielle	-	> 90	-	-	-	-

Tableau 25.3 : Tests d'écotoxicité chronique sur éluats filtrés à 0,45 micron - résultats exprimés en % d'éluat

Désignation	ALGUES CE20-72h (%)		CÉRIODAPHNIES CE20-7j (%)	
	Borne -	Borne +	Borne -	Borne +
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	1,14	1,55	0,10	0,24
Cendres volantes de fuel	1,32	2,37	0,69	1,39
Boue industrielle	1,08	1,69	0,39	0,71

Tableau 26.3 : Tests d'écotoxicité sur matrices solides - résultats exprimés en % de déchet

Désignation	PLANTES CI50-14j (%)					
	ORGE		LAITUE		VERS DE TERRE -14j	
	Borne -	Borne +	Borne -	Borne +	Borne -	Borne +
Gâteau de filtration de la pharmacie-2	3,6	5,7	1,8	3,4	-	-
Cendres volantes de fuel	35,9	60,2	28	52,8	10,8	12,0
Boue industrielle	15,8	21	8,7	10,6	10,4	11,3

ANNEXE 8

Coûts de la procédure H14

COÛTS DE LA PROCÉDURE H14¹

OPÉRATIONS	COÛTS UNITAIRES
1- Test d'écotoxicité aiguë sur éluat - Essai Microtox - Essais sur daphnies (24 h)	1 000 F HT 1 000 à 2 000 F HT
2- Test d'écotoxicité chronique sur éluat - Essai sur Algues (72 h) - Essai sur Cériodaphnies (7 j)	3 900 à 6 200 F HT 12 000 à 16 000 F HT
3- Test d'écotoxicité sur matrices solides - Essai sur végétaux - Essai sur vers de terre	6 500 à 7 500 F HT 3 500 à 12 000 F HT
TOTAL	27 900 à 44 700 F HT

Ces coûts ne prennent pas en compte :

- les opérations d'échantillonnage primaire (prélèvement sur site),
- les opérations d'échantillonnage secondaire (constitution de lots homogènes),
- les lixiviations,
- les analyses chimiques sur matrices solides et éluats.

¹ Nous indiquons ici une fourchette de prix pratiqués par les trois laboratoires avec lesquels nous avons travaillé dans le cadre de cette étude.

ANNEXE 9

Structure et compétence des Ministères représentés dans le Club de Réflexion
(document disponible auprès de la Direction Scientifique de RE.CO.R.D.)

ANNEXE 10

Remarques et commentaires reçus à l'issue du rapport final provisoire

- SOCOTEC : L. Cimolino
- FRANCE DÉCHETS : L. Lambolez-Michel (par téléphone)
- PAYS-BAS : H. Meijer
- ALLEMAGNE : J.M. Brossard



Ministerie van Volkshuisvesting,
Ruimtelijke Ordening en Milieubeheer

FAXBERICHT

Directoraat Generaal Milieubeheer
Directie Afvalstoffen
Algemeen Afvalbeleid

AAN : Polden
T.A.V. : Laurence Greller-Volatie
FAXNUMMER : 0033 72 439866
VAN : Hans Meijer
FAXNUMMER : 070 339 1285
TELEFOONNUMMER : 070 339 4165
DATUM :
ONDERWERP : Presentation on the national situation in de matter of waste
classification/study conducted by Polden for Record Association
AANTAL BLADEN : 1
(incl. voorblad)

Dear Sir,

In response to the fax you sent to Mr Van der Waal on the project mentioned above, I inform you as follows. I first want to apologise for the late response. Mr. Van der Waal has a new function and is no longer working in hazardous waste area and a successor has not yet started.

Your paper is very accurate. I would however like to make a few commends and hope these are still useful for your purpose.

On the introduction ("Dutch legislation"): it is not clear why water is mentioned separately, in general it can be considered as industrial waste. In case it is allowed to dispose of waste water in the normal sewage system, the legislation on water discharge (and not on waste) applies.

On the definition of hazardous waste: Column P is an exhaustive list of processes. The last sentence of the first paragraph on page 2 might give rise to confusion. If a waste, listed in column A, is generated in a process, listed in the corresponding process of column P, is waste is considered hazardous. Only in exceptional cases, if a company can prove it's waste will never contain substances, listed in Annex II, an exemption from the designation of hazardous wastes can be granted. In figure 1, it is listed adequately. The only thing missing in this figure (and on page 3) is the exemption possibility mentioned above.

Best regards,

**Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit**

Geschäftszeichen (bei Antwort bitte angeben)

WA II I

Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit
Postfach 12 06 29, 53048 Bonn

POIDEN

Mr. Laurence Grelier-Volatie

Telefax: 00 33 4 72 43 98 66

Bonn, 23. Juli 1998

Telefon (0228) 305-25 93

oder (030) 28550-25 93

Telefax (0228) 305-2398

Dienstgebäude:*

Ahrstraße 20

Prescntation of the situation in Germany in matter of hazardous waste classification

Your letter dated 3 June 1998; LGV/CP/C94B/6.98

Dear Mr. Volatie,

Thank you very much for sending me the summary of the German situation. I have only some minor comments and apologize for the delay in answering your letter.

I propose the following changes:

- Page 2 of your telefax, last sentence („In addition...“):

I propose to replacc the words „... contains regulations for waste...“ by the words „... establishes a second list of wastes...“.

- Page 3 of your telefax, point A:

The second indent in the last paragraph („The additional wastes requiring special ...“) should read „wastes which are ncither listed in EWC nor in HWL, but which represent a part of an entry in the EWC (additional wording underlined).

Lieferanschrift: Ahrstraße 20, 53175 Bonn

* Erreichbar mit Buslinie 610 - Haltestelle Danziger Straße -, Buslinie 614 - Haltestelle Deutsche Forschungsgemeinschaft -
Zentrale für (0228) 305-0 u. (030) 28550-0 • Telefax: (0228) 305-3225 • Telcx: 8 857 90 • Teletex: 228 38 54

- 2 -

Page 3 of your telefax, point B („Technical Evaluation):

The first sentence should read:

In Article 41 para 1 sent. 1 of the Closed Substance Cycle and Waste Management Act there is a description of criteria, due to which the details on the procedure for evaluation waste requiring special supervision are decided.

Please do not hesitate to contact me if you have any further questions.

Kind regards,
for the Ministry



Dr. Jakob-Matthias Drossard



REPUBLIC OF AUSTRIA
Federal Ministry for the Environment,
Youth and Family Affairs
DEPARTMENT III

A-1010 Vienna, Stubenbastei 5

Phone Nr: (+43) 1 515 22
Fax : 3003
DVR : 0441473
Division : III/4
Contact : Moser
Extension : 3521
E-mail : andreas.moser@bmu.gv.at

To Polden
INSA Lyon
L. Grelier-Volatie
Fax: * 472439866

From BMUJF
Andreas Moser

Pages: 1

Vienna, 1 October 1998

Dear Sir!

Regarding your compilation of the situation in Austria (haz. wastes) I would like to propose the following changes:

1) Definition of Hazardous:

Delete the last sentence („In Austrian legislation the hazard characteristic are recorded 1 to 15 instead of H1 to H14“). The sentence might be misleading since we use the same hazard characteristics H1 to H14. Since H3 is divided into to Characteristic (H3-A and H3-B) its logical that listing leads to 15 entries. But within the ordinance we always refer to H1 to H14 (see e.g. Annex 3 of the ordinance)

3) Change of Status:

As you mentioned a hazardous waste can be de-classified. I would not call this delisted because this could lead to the interpretation that the waste is (in Austria) no longer on the Hazardous Waste List. Further more our ministry is the Competent Authority for these de-classifications. Every waste owner who wants to de-classify a waste has to send his expertise (in the format provided in Annex 3 of the ordinance) to our ministry. Within six weeks the Competent Authority can either deny the de-classification or ask for more evidence. If there is no reaction within six weeks the waste is legally de-classified (These provisions were included in an amendment of the Waste Mangement Act, enforced today). So I would propose the following wording:

The Ordinance makes provision for de-classifying a specific batch of hazardous waste. This can be done only by an expertise on a case by case basis.

An industrialist can demonstrate on the basis of documentary evidence provided in an appropriate way (using the format in Annex 3 of the ordinance) that a specific batch of waste on the list does not display any of the listed hazard properties. He has to send these evidence to the Ministry of Environment as the Competent Authority. Within six weeks the Ministry can either deny the de-classification or call for further evidence.

Kind regards

Andreas Moser

**SOCOTEC**

DIRECTION DES SERVICES TECHNIQUES


Département des Techniques

du Cadre de Vie

3, avenue du Centre

78182 SAINT QUENTIN EN YVELINES CEDEX

Fax 01.30.12.83.99

 LIGNE DIRECTE DE VOTRE CORRESPONDANT
01 30 12 83 32

TELECOPIE n° : 04 72 43 98 66

DESTINATAIRE :

INSAVALOR - division POLDEN**Laurence GRELIER-VOLATIER****Jacques MEHU**

Date : 03/08/1998

Nombre de pages : 1

Expéditeur : Lauro CIMOLINO

(y compris la présente)

Réf : DTCV 98 ENV - 189

OBJET : VERSION PROVISOIRE RAPPORT FINAL ETUDE RECORD 97-0106

A la lecture de l'excellent document que vous nous avez transmis courant juillet, je me permets de vous faire quelques remarques de forme.

- Je n'ai pas trouvé dans le chapitre III, des indications succinctes sur les méthodes utilisées pour les analyses chimiques.

- Les références des normes des bio-essais devraient, d'après les informations en ma possession, être modifiées :

. page 17 - tableau 2 :

.....microtox 30 min XPT90-320.... (seules les normes homologuées peuvent être « NF » et celle-ci n'est qu'expérimentale et donc « XP »)

.....daphnies 48h NFENISO6341 (T90-301)....(ajout de l'indice de classement)

.....algues 72h NFEN28692 (T90-304).....(ajout de l'indice de classement)

.....vers de terre FDX31-251.... (seules les normes homologuées peuvent être « NF » et celle-ci n'est qu'un fascicule de documentation et donc « FI »)

. page 18 :La norme XPT90-320.....

. page 19 : la NFT90-360 est une référence de norme sur le pouvoir absorbant d'huiles

. page 21 : La norme FDX31-251 La norme FDX31-251

. page 22 :la norme XPX30-417.....

. page 32 : il serait intéressant d'avoir l'humidité (ou plutôt matières sèches) du seul déchet liquide

. page 34 :(EN 12 457, référence française PrX30-402)....(projet de norme soumise à enquête)

. page 35 :CEN TC 292 (PrX30-402).....de la norme XPX31-211

. page 37 :XPT90-320 NFEN28692 (algues).....(en cohérence avec tableau page 39)

. page 39 :XPT90-320...FDX31-251

. page 96 :expérimentale XPX30-407.....la norme expérimentale XPX31-210

- La présentation de l'encart page 59 devrait être de la même forme que les autres encarts avec du texte en gras.

Cordialement