

Suivi des travaux européens pour la caractérisation et la classification des déchets par le critère H14 (écotoxicité)



**SUIVI DES TRAVAUX EUROPEENS
POUR LA CARACTERISATION ET LA CLASSIFICATION
DES DECHETS PAR LE CRITERE H14 (ECOTOXICITE)**

RAPPORT FINAL

novembre 2008

Ch. BAZIN, J. MÉHU, M.-C. GIROD - 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 collégalement 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, Suivi des travaux européens pour la caractérisation et la classification des déchets par le critère H14 (écotoxicité), 2008, 74 p, n°06-0134/1A.
- ✓ Ces travaux ont reçu le soutien de l'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie)
www.ademe.fr

© RECORD, 2008

Résumé

Cette étude s'inscrit dans le projet "élaboration d'un protocole concerté (France et Europe) pour la caractérisation et la classification des déchets par le critère H14 - écotoxicité" (projet RE.CO.R.D. 1-28).

Ce projet s'articule autour du constat que la directive 91/689/CE relative aux déchets dangereux prévoit de classer les déchets suivant 14 propriétés de danger, parmi lesquels le critère H14 "écotoxique pour l'environnement" qui a été considéré par le groupe de consultants en charge de l'élaboration de la liste des déchets dangereux comme responsable «a priori» de 80% des attributions de l'astérisque *, sans qu'il n'existe officiellement à ce jour ni seuil réglementaire ni méthode prescrite permettant la définition et l'attribution de ce critère.

L'Allemagne a organisé en 2007 un essai circulaire interlaboratoires, dans le but de proposer une batterie d'essais et d'obtenir des informations sur la répétabilité et la reproductibilité de ces tests biologiques. Le CEN/TC 292/WG 7 a également été associé à cet essai afin de valider la norme EN 14735 (Caractérisation des déchets - Préparation des échantillons de déchets pour la réalisation d'essais d'écotoxicité). Plus de 50 laboratoires européens ont participé à cet essai circulaire (3 déchets industriels, 50 laboratoires, 15 bioessais).

Les résultats de cet essai circulaire serviront de support à la rédaction d'un texte réglementaire relatif à l'application du critère H14 en Allemagne dans un premier temps puis éventuellement à la rédaction d'un texte normatif qui puisse servir de base à une future réglementation européenne.

L'étude :

- ✓ fait le point sur les modalités d'application du critère H14 dans les principaux pays européens, par le biais d'une enquête et par l'analyse des textes réglementaires disponibles,
- ✓ rend compte des résultats des essais interlaboratoires en général et plus particulièrement des essais de la batterie utilisée en France,
- ✓ présente les évolutions probables à court terme de l'application du critère H14 pour l'évaluation de caractère dangereux ou non des déchets.

L'application du critère "H12" (écotoxicité) de la convention de Bâle pour le transport transfrontalier des déchets dangereux est abordée.

Mots clés :

Déchets - H14 - Ecotoxicité - Bioessais - Catalogue européen des déchets

Summary

This study is part of the project "elaboration of a planed protocol (France & Europe) for the characterization of waste by H14 criterion - ecotoxicity (project RE.CO.R.D. 1-28).

Directive 91/689/CE relating to the dangerous waste plans to classify waste according to 14 hazardous characteristics, among which H14 criterion "ecotoxicity for environment". Criterion H14 "ecotoxic" is considered to be representative "a priori " of 80 % of the attribution of the asterisk * (dangerous waste), without there being officially neither regulation threshold nor prescribed method allowing definition and attribution of this criterion.

To validate a battery of suitable bioassays and to acquire information on the statistical repeatability and reproducibility of the biological tests, Germany organized in 2007 interlaboratoires assays. CEN/TC 292/WG 7 was associated to validate the standard EN 14735 (characterization of waste - Preparation of waste samples for ecotoxicity tests. More than 50 European laboratories participated in this project and applied 15 bioassays on 3 industrial waste.

The results of this circular assay are expected to be a support in the writing of a regulation text on the application of criterion H14 in Germany at first, then possibly in the writing of a normative text which can act as foundation in a future European regulation.

This study :

- ✓ reviews the modalities of application of criterion H14 in the main European countries, by means of an inquiry and by the analysis of the available regulation texts (available in French or in English)
- ✓ gives an account of results of interlaboratoires assays in general and more particularly of results obtained with the battery frequently applied in France
- ✓ introduces short term probable evolutions of the application of criterion H14 for the assessment of dangerous character of waste.

The future application of the criterion "H12" (ecotoxicity) of the Basel Convention for the transport and transboundary movement of hazardous waste is approached.

Key words :

Waste - H14 - Ecotoxicity - Bioassays - European Waste List

<p>Suivi des travaux européens pour la caractérisation et la classification des déchets par le critère H14 (écotoxicité)</p>

Liste des annexes	7
1 <u>Rappel du contexte de l'étude</u>	9
2 <u>Rappel du programme de travail</u>	10
3 <u>Objectif 1 : participation active au montage, pilotage et suivi de l'étude interlaboratoires européenne</u>	10
3.1 <u>Rappel du contexte et du déroulement de l'étude interlaboratoires</u>	10
3.2 <u>Point sur la participation au pilotage de l'étude européenne</u>	11
4 <u>Objectif 2 : contribution de POLDEN aux travaux expérimentaux de l'étude interlaboratoires et coordination des travaux des autres laboratoires français soutenus par l'association RE.CO.R.D. dans ce cadre</u>	20
4.1 <u>Rappel du contexte et des résultats obtenus par les laboratoires français</u>	20
4.2 <u>Bilan de la réunion finale de la campagne d'essais - Berlin, 29 juin 2007</u>	24
4.2.1 Ampleur de l'essai circulaire	24
4.2.2 Résultats de l'essai circulaire	27
4.2.3 Essai d'inhibition de la croissance de populations d'algues vertes unicellulaires	28
4.2.4 Essai d'inhibition de la mobilité de <i>Daphnia magna</i>	30
4.2.5 Essai d'inhibition de la luminescence de <i>Vibrio fischeri</i> (Microtox®)	32
4.2.6 Essais de toxicité aiguë vis-à-vis d'<i>Eisenia fetida</i>	34
4.2.7 Essais d'inhibition de la germination de végétaux	36
4.2.8 Essais d'inhibition de la croissance de végétaux	38
4.2.9 Essai d'inhibition de la croissance de la population de <i>Brachionus calyciflorus</i>	39
4.2.10 Essai d'inhibition de la croissance de la population de <i>Ceriodaphnia dubia</i>	39
4.2.11 Bilans des essais circulaires : Bilan pour la batterie minimale	40
4.2.12 Bilan des essais circulaires : Bilan pour les essais optionnels	45
4.2.13 Les essais de répétabilité	47
4.3 <u>Réflexions générales autour de l'essai circulaire et de son exploitation ultérieure</u>	50
5 <u>Objectif 3 : analyse des exigences réglementaires internationales, européennes et nationales pour l'élaboration de la méthodologie relative à la définition du critère H14</u>	51
5.1 <u>Rappel des objectifs</u>	51
5.2 <u>Synthèse des réglementations européennes et nationales pour l'utilisation du critère H14</u>	51
5.2.1 Situation réglementaire en France	52
5.2.2 Situation réglementaire en Allemagne	52
5.2.3 Situation réglementaire en Belgique	53
5.2.4 Situation réglementaire en Finlande	53

5.2.5	Situation réglementaire aux Pays-Bas	53
5.2.6	Situation réglementaire au Royaume Uni	53
5.2.7	La Convention de Bâle relative au transfert transfrontalier des déchets et évolution	54
5.2.8	La Directive Européenne des déchets et évolution	57
6	<u>Objectif 4 : bilan des méthodologies disponibles sur le sujet</u>	58
6.1	Rappel des objectifs	58
6.2	<u>Synthèse des méthodologies nationales disponibles pour l'utilisation du critère H14</u>	58
6.2.1	L'approche française	58
6.2.2	L'approche allemande	59
6.2.3	L'approche du Royaume Uni	60
6.2.4	L'approche belge	60
6.2.5	Les travaux du CEN TC292 WG7	60
7	<u>Objectif 5 : consultation d'agences ou organismes coopératifs européens dans le domaine sur le sujet de la caractérisation du critère H14</u>	62
7.1	Rappel des objectifs	62
7.2	Démarche suivie	62
7.3	Synthèse des informations obtenues	63
8	<u>Conclusions</u>	71
8.1	Conclusion sur les essais interlaboratoires européens	71
8.2	Point sur la situation européenne au sujet du critère H14	72
8.3	Conclusion générale et recommandations	73

Annexes¹ :

Annexe 1 : Comptes rendus de réunions

A1-1 Réunion cadrage du 18 juil. 06
A1-2 Réunion technique 07 nov. 06
A1-5 Synthèse du déroulement de l'étude

A1-3 Réunion intermédiaire 23 avril 07
A1-4 Réunion finale 01 avril 08

Annexe 2 : Essais circulaires

A2-1 Fiche technique SOI
A2-2a Fiche technique INC
A2-4 Synthèse des résultats des laboratoires français

A2-2b Infos complémentaires INC
A2-3 Fiche technique WOO

Annexe 3 : Bibliographie réglementaire et technique

A3-1 Doc H14 INERIS 2000
A3-2 Doc article H14 Tech Sci Ing 2004
A3-3 Doc Pandard & al 2006
A3-4 Doc Ispra colloque H14 sept. 2005

A3-6 Doc CED - guide Belge 2004
A3-7 Doc CED - guide Allemagne 2004
A3-8 Doc H14 Allemagne 2004
A3-9 Doc MATE 1998 H14
A3-10 Doc H14 & Installations Classées 02
A3-11 Doc Note juridique du 19-09-02
A3-12 Doc Guide technique FNADE 2003
A3-13 Doc Proposal for a Directive of the European Parliament and of the Council on waste - Political agreement (document non officiel 11362/07 du 29 juin 2007)
A3-14 Doc CED - guide Finlande 1999
A3-15 Doc CED - guide NL 2001

A3-17 Doc Déchets dangereux UK 2005
A3-18 Doc WG7 draft LD écotox déchets 2008
A3-19 Doc WG7 N55 Ecotoxanademe
A3-20 Doc WG7 N57 draft LD écotox déchets
A3-21 Doc WG7 N51 definition of label H14
A3-22 Doc WG7 N85 résolutions janv08
A3-23a Doc UNEP - Version anglaise 2002

A3-1 Fiche H14 INERIS 2000
A3-2 Fiche article H14 Tech Sci Ing 2004
A3-3 Fiche Pandard & al 2006
A3-4 Fiche Ispra colloque H14 sept. 2005
A3-5 Fiche CE1013-2006 transfert déchets
A3-6 Fiche CED - guide Belge 2004
A3-7 Fiche CED - guide Allemagne 2004
A3-8 Fiche H14 Allemagne 2004
A3-9 Fiche MATE 1998 H14
A3-10 Fiche H14 & Installations Classées 02
A3-11 Fiche Note juridique du 19-09-02
A3-12 Fiche Guide technique FNADE 2003
A3-14 Fiche CED - guide Finlande 1999
A3-15 Fiche CED - guide NL 2001
A3-16 Fiche sédiments marins - NL 1998
A3-17 Fiche Déchets dangereux UK 2005
A3-18 Fiche WG7 draft LD écotox déchets 2008
A3-19 Fiche WG7 N55 Ecotoxanademe
A3-20 Fiche WG7 N57 draft LD écotox déchets
A3-21 Fiche WG7 N51 definition of label H14
A3-22 Fiche WG7 N85 résolutions janv08
A3-23b Doc UNEP - version française 2003

Annexe 4 : Enquête européenne

A4-1 Liste experts contactés
A4-3 Questionnaire envoyé aux experts
A4-5 Synthèse des réponses obtenues

A4-2 Liste experts ayant répondu
A4-4 Mail d'accompagnement du questionnaire

Annexe 5 : Documents divers

A5-1 Construction Products - Environmental Assessment 16 June 2008
A5-2 DIBt Guideline - Soil & Groundwater Protection - State of the Art in Germany, Dr. Angelina Pawel, Deutsches Institut für Bautechnik
A5-3 Review of the European list of waste - Questions to the Stakeholders - Feb.2008
A5-4 Review of the European list of waste - Ökopol 1st Interim report - Feb.2008

¹ Les annexes sont toutes disponibles sur un Cdrom joint à la version papier du rapport.

Suivi des travaux européens pour la caractérisation et la classification des déchets par le critère H14 (écotoxicité)

1 Rappel du contexte de l'étude

Cette étude s'inscrit dans le projet "élaboration d'un protocole concerté (France et Europe) pour la caractérisation et la classification des déchets par le critère H14 - écotoxicité" (projet RE.CO.R.D. 1-28).

Ce projet s'articule autour du constat que la directive 91/689/CE relative aux déchets dangereux prévoit de classer les déchets suivant 14 propriétés de danger, parmi lesquels le critère H14 "écotoxique pour l'environnement" qui a été considéré par le groupe de consultants en charge de l'élaboration de la liste des déchets dangereux comme responsable « a priori » de 80% des attributions de l'astérisque *, sans qu'il n'existe officiellement à ce jour ni seuil réglementaire ni méthode prescrite permettant la définition et l'attribution de ce critère.

Cet état de fait est dommageable aux membres de RECORD dans la mesure où il ne permet ni le positionnement des déchets à entrées miroirs ni la possibilité de déclassement ou de sur classement prévus aux articles 4 & 5 du décret du 18 avril 2002 et ce malgré l'état avancé des connaissances françaises dans ce domaine, acquises notamment dans le cadre de travaux RECORD antérieurs.

C'est pourquoi dans le cadre des travaux européens en cours de réflexion au niveau du WG7 (propriétés écotoxicologiques des déchets) du CEN TC 292, il est apparu indispensable que les travaux réalisés en France sur ce sujet au cours des dernières années, soient valorisés et que les travaux de normalisation européens prennent en compte les acquis méthodologiques français.

En 2007, l'Allemagne a organisé un essai circulaire inter-laboratoires (pilote par l'Agence Fédérale de l'Environnement "Umweltbundesamt"), dans le but de valider une batterie d'essais et d'obtenir des informations sur la répétabilité et la reproductibilité de ces tests biologiques. Le CEN/TC 292/WG 7 a également été associé à cet essai afin de valider la norme EN 14735 (Caractérisation des déchets - Préparation des échantillons de déchets pour la réalisation d'essais d'écotoxicité).

Plus de 50 laboratoires européens se sont portés candidats pour participer à cet essai circulaire (dont un laboratoire russe et un laboratoire de l'armée américaine).

Il est prévu qu'ultérieurement, les résultats de cet essai circulaire servent de support à la rédaction d'un texte réglementaire dédié à l'application du critère H14. Les premières intentions de l'Allemagne au sein du CEN/TC 292/WG 7 en 2004 étaient de proposer un texte normatif qui puisse servir de base à cette réglementation. Ce dernier a été refusé au

sein du CEN/TC 292 car ce texte comprenait la proposition d'une stratégie réglementaire et de valeurs seuils.

L'étude circulaire interlaboratoires étant basée sur le principe du volontariat, l'association RE.CO.R.D. a accepté de soutenir financièrement les laboratoires français participants.

L'objectif général de la cette étude est de valoriser l'expertise française, et en particulier celle de l'association RE.CO.R.D., assise sur une réelle expérience pratique dans le domaine, et de fournir un retour en temps réel des évolutions en cours sur le sujet au travers du projet d'essais interlaboratoires européens.

Dans le cadre de la présente étude, POLDEN a représenté l'association RE.CO.R.D. dans cette initiative européenne à deux niveaux :

- en participant au pilotage du programme européen
- en participant activement au programme expérimental et en coordonnant la participation d'autres laboratoires français candidats qui seront impliqués dans l'étude européenne.

2 Rappel du programme de travail

Cette étude vise cinq objectifs :

1. La participation active au montage, pilotage et suivi de l'étude interlaboratoires européenne ;
2. La contribution de POLDEN aux travaux expérimentaux de l'étude interlaboratoires et la coordination des travaux des autres laboratoires français soutenus par l'association RE.CO.R.D. dans ce cadre ;
3. L'analyse des exigences réglementaires internationales (convention de Bâle), européennes (classification des déchets, nouvelle directive cadre, directive décharge) et nationales pour l'élaboration de la méthodologie relative à la définition du critère H14 ;
4. Le bilan des méthodologies disponibles sur le sujet ;
5. La consultation d'agences ou organismes coopératifs européens dans le domaine sur le sujet de la caractérisation du critère H14.

3 Objectif 1 : participation active au montage, pilotage et suivi de l'étude interlaboratoires européenne

3.1 Rappel du contexte et du déroulement de l'étude interlaboratoires

POLDEN a participé, les 21 et 22 septembre 2006, à Berlin, à la réunion de lancement de la campagne d'essais circulaires.

Les déchets sur lesquels portent les essais circulaires sont un bois contaminé par des traitements à base de cuivre (WOO), un sol pollué aux HAP (SOI) et des cendres d'incinération (INC).

Les laboratoires participants ont reçu de 1 à 3 déchet(s) et se sont engagés pour la réalisation d'un à plusieurs bioessais.

Les informations disponibles (contenu total, caractéristiques physico-chimiques) sur les déchets ont été fournies par l'Allemagne lors du workshop de juin 2007, elles sont présentées dans l'annexe 2 (A2-1 à A2-3 : copies des diaporamas reçus en version papier lors du workshop et informations complémentaires pour le déchet INC).

En résumé :

- la cendre d'incinération (INC) est majoritairement contaminée par du cuivre (6 500 mg/kg), du zinc (2 600 mg/kg), du plomb (1 600 mg/kg), du manganèse (800 mg/kg), du chrome (200 mg/kg) et du nickel (200 mg/kg). Son pH est élevé (environ 10,5). Les analyses chimiques répétées sur plusieurs sous-échantillons ont montré une variabilité élevée pour le cadmium et le cuivre, laissant penser à une hétérogénéité du déchet. Voir annexes A2-2a et A2-2b).
- le bois traité (WOO) est contaminé par des produits de traitement à base de cuivre (sans arsenic). Son niveau de contamination en cuivre est de 2 g/kg. Son pH est acide (environ 5,4). Voir annexe A2-3.
- le sol (SOI) est contaminé par des HAP. Le niveau de contamination pour les 16 HAP est d'environ 850 mg/kg et de 150 mg/kg d'hydrocarbures totaux. La présence majoritaire de HAP à poids moléculaire élevé montre que la contamination est ancienne. Voir annexe A2-1.

3.2 Point sur la participation au pilotage de l'étude européenne

Connaissant son expérience sur ce sujet, l'association RE.CO.R.D. a souhaité confier à Jacques Méhu, la participation au montage, pilotage et suivi de l'étude interlaboratoires européenne en ce qui concerne ses éventuelles retombées réglementaires.

Jacques Méhu et POLDEN ont été associés à de nombreux travaux conduits depuis 1994, soit à l'initiative de la Commission Européenne, des principaux Etats Membres (dont la France à travers l'ADEME) ou d'initiative privée (producteurs de déchets, éco-industries ou syndicats et associations (SVDU et bien sûr l'association RE.CO.R.D.). Ces travaux visaient tous à contribuer à la sélection de batteries d'essais adaptées à la spécificité des déchets et à documenter le calibrage de ceux-ci par rapport à la dangerosité des déchets.

Malgré cet acquis français indéniable, le décret du 18 avril 2002 transposant en droit français les conditions de classification des déchets ne mentionne toujours ni méthodes, ni seuils pour le critère H14.

Il était prévu que cette contribution se fasse essentiellement par la participation active au comité de pilotage ("*advisory board*") de l'étude. Initialement, ce Comité de Pilotage comprenait uniquement des experts allemands ainsi que Hans van der Sloot (ECN, NL animateur du WG6).

La participation Jacques Méhu au Comité de Pilotage a été acceptée par la coordinatrice allemande du programme et validée. **Une difficulté majeure pour remplir cette mission est que l'*advisory board* ne s'est en pratique jamais réuni** malgré plusieurs relances de notre part.

Par la suite, en cours d'étude, quand il s'est avéré qu'il n'y aurait pas de réunion de ce comité, Heidrun Moser a proposé de nous fournir un document élaboré par l'Unwelbundesamt sur les préconisations réglementaires allemandes en matière de classification des déchets issues des résultats du ring test.

Pour information, voici le dernier échange de mails avec Heidrun Moser expliquant qu'elle n'a pas pu tenir son planning de traduction en anglais de ce document car du fait du grand intérêt que les Régions (Länder) ont porté à ce texte et les amendements qu'ils seraient à même d'y proposer, sa finalisation a été repoussée par le ministère de l'environnement allemand.

Moser, Heidrun a écrit :

Sujet : AW H14 - recommendations

Date : Mon, 10 Mar 2008, 10:22:42 +0100

De : Moser, Heidrun <heidrun.moser@uba.de>

Pour : Jacques MEHU - INSA de Lyon <jacques.mehu@insa-lyon.fr>

Copie à : Kessler, Hermann <hermann.kessler@uba.de>

Dear Jacques,

Unfortunately we were not able to complete the draft document, because the Environment Ministry postponed the deadline for the Federal States to end of March (after they had complained about the complexity of the topic and the need to evaluate the consequences for their major waste streams). Without integrating (or even knowing) the contributions of the Federal States I am not able to compile a summary for you, because we do not know at the moment, to what extend our recommended test strategies (e.g. limit tests for classification purpose or definition of the test battery depending on reuse scenario conditions) will be modified or amended.

Fortunately I was able to assure the budget for the translation, which means that an English document will be available, finally. Do you have enough information on the outcome of the ring test?

I am very sorry that I am not able to support you, as I had promised.

Best regards

Heidrun

Méhu, Jacques a écrit :

Von: Jacques MEHU - INSA de Lyon [<mailto:jacques.mehu@insa-lyon.fr>]

Gesendet: Donnerstag, 6. März 2008 12:42

An: Moser, Heidrun

Cc: Christine Bazin

Betreff: Re: H14 - recommendations

Dear Heidrun,

In your mail dated September 1st, you said that you were expected a translation of your "regulatory" draft document for the end of the year. We are now in March and I have to give my report to the French industrialists and EPA before the 20th of March.

Please could you send me very soon at least a brief note in english giving the main issues and positions in term of H14 assessment.

Thanks a lot in advance for your understanding.

Best Regards,

Jacques Méhu.

Moser, Heidrun a écrit :

Dear Colleague,

I would like to inform you that until now we have not been able to translate our recommendation of action for the ecotoxicological characterisation of waste. The interest and commitment of the colleagues in the waste departments of the Federal States was very good and therefore we have received a lot of comments, which we are integrating in the document at the moment. Additionally we try to raise money for a project, in which we will screen the ecotoxicity of about 30 waste types in mirror entries by the use of limit tests. We hope that this limit concentration will support the UBA-suggestion for a limit value to be transferred into waste legislation. The project will start at the beginning of 2008 and last for one year.

I hope that we will be able to translate our document until the end of the year. Naturally we will send it also to you.

We ask for your understanding,

best regards

Heidrun Moser

Heidrun Moser, PhD

Federal Environmental Agency Germany
Section III 3.2 - Hazardous Waste Management-
Woerlitzer Platz 1
D - 06844 Dessau
phone ++49-340-2103-3560
fax ++49-340-2104-3560
www. umweltbundesamt.de

En résumé, la maîtrise du dossier lui ayant échappé, elle n'avait pas assez d'assurance sur les stratégies qui seront retenues en Allemagne (pas plus sur la composition de la batterie d'essais que sur les seuils de classement des déchets) pour la diffuser officiellement.

A la date du 1^{er} avril 2008, il nous était donc impossible de rendre compte des avancées de son travail.

Pour faire face à cette situation, lors de la réunion finale qui s'est tenue à Paris le 1^{er} avril 2008, il a été décidé de reporter la fin de l'étude à fin juin 2008. A cette occasion, il a été demandé à POLDEN de rédiger une analyse critique de la situation et des perspectives d'évolution, même si le document allemand (version anglaise) n'est pas disponible à cette date.

Pour information, voici les échanges de mails entre Jacques Méhu et Heidrun Moser. Ces échanges ont été laborieux et ont nécessité de nombreuses relances.

Il n'a pas été possible d'organiser une rencontre de visu, ni avec H. Moser, ni avec d'autres interlocuteurs qu'elle aurait recommandé.

----- Message original -----

Sujet: AW: synthyesis on German political position on H14
Date: Wed, 25 Jun 2008 15:59:07 +0200
De: Moser, Heidrun
Pour : Jacques MEHU - INSA de Lyon <jacques.mehu@insa-lyon.fr>
Copie à : Kessler, Hermann <hermann.kessler@uba.de>

Dear Jacques,

I am very sorry that I didn't answer you earlier, but until today **there is no official position from the Environment Ministry regarding H14.**

What I can offer you, is the draft of the final chapter of the ring test publication, in which we have summarized our suggestion, how to implement H14 in German waste legislation. You will find suggestions for test batteries as well as for test strategies.

The (only in German available) recommendations have been the basis for this chapter and its current status is: Published and discussed with the Federal States, comments etc received from most of the Federal States, most of the comments and suggestions have been included in the document and at the moment we are testing 30 wastes in mirror entries to see, how we can derive a limit threshold for H14. **The last mentioned project will run until October 2009 and the Ministry will afterwards publish the recommendations in cooperation with the Federal states, likely as a technical guidance document, supporting the European Waste List Ordinance, but not being a legislative document.**

On the other hand, the stakeholder consultation for the European Waste List, which took place on the 4th of June in Brussels, clearly showed that many Member States are willing to use biotests for waste or already apply them. **The discussion also showed, that we need threshold values**, that biotests can come into enforcement as an harmonized instrument. From my point of view, **the contractor Ökopol is now in charge to make suggestions, how this can be handled.** The participants of the stakeholder consultation mentioned that they want the commission to elaborate threshold values. **I am not quite sure, if this will happen, but I think the H14 topic is really getting underway.**

Please be aware that the attached chapter is my first draft, there might be some language mistakes and maybe not everything is well described. I have fed it into our review process and I guess it will be returned with language improvement and other comments next week. Nevertheless I hope that it will help you, please keep in mind that is only for your personal use.

Tomorrow I will work in our Berlin office (having a meeting in the afternoon), we can discuss all your question on the phone, if you like, I will be available form 10 to 12 a.m. under ++49-30-8903-5746. On Friday I will be in Hamburg, my mobile phone number is ++49-172-7477678.

Best regards
Heidrun

Von: Jacques MEHU - INSA de Lyon [<mailto:jacques.mehu@insa-lyon.fr>]
Gesendet: Montag, 9. Juni 2008 16:46
An: Moser, Heidrun
Betreff: Re: synthyesis on German political position on H14

Dear Heidrun,

I did not receive the synthesis of the german political position you mentioned in your email dated 6 May... It is now very urgent as I have to deliver my report before the end of June.

Could you send me something even not finalized or non official?
Thank you for your understanding,
Best Regards,
Jacques Méhu.

I am sorry not having the opportunity to meet you but happy for you ! I am sure that these vacations are welcome!
As you know, the members of Association RECORD (French industries involved in waste management issues as producers (e.g. chemical industry) or as eliminators (landfill companies, stabilization, incineration companies,...) and the French bodies in charge of environment (ADEME and Ministry) have during the last 15 years undergone a lot of works in the field of hazard criteria attribution and specially about H14.

For example we are developing a specific "H14" procedure for marine sediments and in the framework of a previous program funded by RECORD we proposed some limit values in elements (mainly heavy metals) based on the limits in dangerous substances linked to the risk phrases of the dangerous wastes directive as you did in your guide for the application of the European waste catalog.

Almost everybody in France is waiting for a regulatory framework for this attribution and your initiative was highly appreciated.
As you imagine most of the people are not mainly interested in the scientific results of the program but more on the consequences in term of European decision.

What we would like to know is what kind of recommendations or methods or limit values or procedure... you derived from the results of your ringtest and what are the main outlines of the regulation you are developing in Germany for this waste hazard attribution.
The other question is : are you going to propose something at the European level ? And if yes again: what kind of recommendations or methods or limit values or procedure and what could be the status of the text?

If it is too difficult to meet, you can send me memos or ideas of what you can provide without too much work for you. Everything will be welcome as soon as it is in english and synthetic.
Thanks in advance and good vacations...

Best Regards.
Jacques Méhu.

Moser, Heidrun a écrit :

Dear Jacques,

Many thanks for your suggestion, which would be very good for the outstanding H14 summary. Unfortunately I will be in Istanbul during this week (17/05/08 to 25/05/08), luckily for holiday.

Could you shortly explain what kind of synthesis you are expecting? Do you need a summary of the methodology or a summary of the recommendations of action we try to establish in German waste legislation? How long should this be? I will try to help you within this month, because I am now responsible for a new topic at UBA and I will change my position in July.

Best regards and sorry for not being able to accept your offer

Heidrun

Von: Jacques MEHU - INSA de Lyon [<mailto:jacques.mehu@insa-lyon.fr>]

Gesendet: Dienstag, 6. Mai 2008 08:51

An: Moser, Heidrun

Betreff: Re: Ecotoxicological characterization of waste: Upcoming conferences, Publication and Web-Data-Base

Dear Heidrun,

As you know we have postponed the delivery of the memo concerning regulatory issues of your (great !) job about H14. As the German proposal is not yet available (at least in English) I proposed to take the opportunity of a trip I will make in May for standardization of emission of pollutants from construction products (TC351) in Frankfurt to meet you and to write down a synthesis of the german position. Do you agree with this proposal?

My meeting is on the Tuesday 20 May. May we meet on the 21st in Berlin ?

Thanks in advance for your cooperation.

Best Regards,

Jacques Méhu.

Moser, Heidrun a écrit :

Dear Colleagues,

I hope you all are doing fine and you are looking forward to updated information? Fine.

1. The results and experiences from the ringtest have been summarized in a manuscript, which has been evaluated and accepted by Springer (US). At the moment we wait for the delivery of two last authors, in parallel we review the chapters already finished, the deadline for Springer is Mid of June.

2. The web-based data base is ready and will be transfered to the UBA computing center on 18/4/2008. I will send you the access data as soon as possible and I am looking forward to your opinion regarding this new tool.

3. Please find below information about three conferences, which might be of interest for you. I would like to draw your attention to the conference in Vienna, where we would like to establish a Waste x Biotest-Block (5 presentations) within one of the sessions. If you are interested, please contact me or Brigitte Müller [b.mueller@iwa.tuwien.ac.at]

Best regards

Heidrun

En résumé, H. Moser souligne explicitement que **le Ministère de l'Environnement allemand n'a pas encore de position officielle concernant le critère H14**. Elle a fourni une version provisoire confidentielle du chapitre 7.2 "*Ecotoxicological characterization of waste as legislative instrument*" du document de synthèse des essais circulaires européens en cours de rédaction². Les recommandations allemandes ont servi à rédiger ce texte. Il a été soumis à l'ensemble des länder et les remarques reçues de leur part ont été prises en compte.

Actuellement, et jusqu'en octobre 2009, une série de 30 déchets entrées miroirs sont en cours d'analyse en Allemagne. Les résultats obtenus devraient permettre de fixer des seuils pour le critère H14. **Ensuite seulement, le Ministère allemand de**

² Ce document de synthèse sera publié début 2009 sous le titre "Ecotoxicological characterization of waste, results and experiences from an European ring test" J. Roembke, R. Becker & H. Moser editors, Springer

l'environnement publiera ses recommandations sous la forme de lignes directrices, mais a priori pas sous la forme de texte réglementaire.

La procédure décrite dans le chapitre 7.2³ est schématisée ci-dessous :

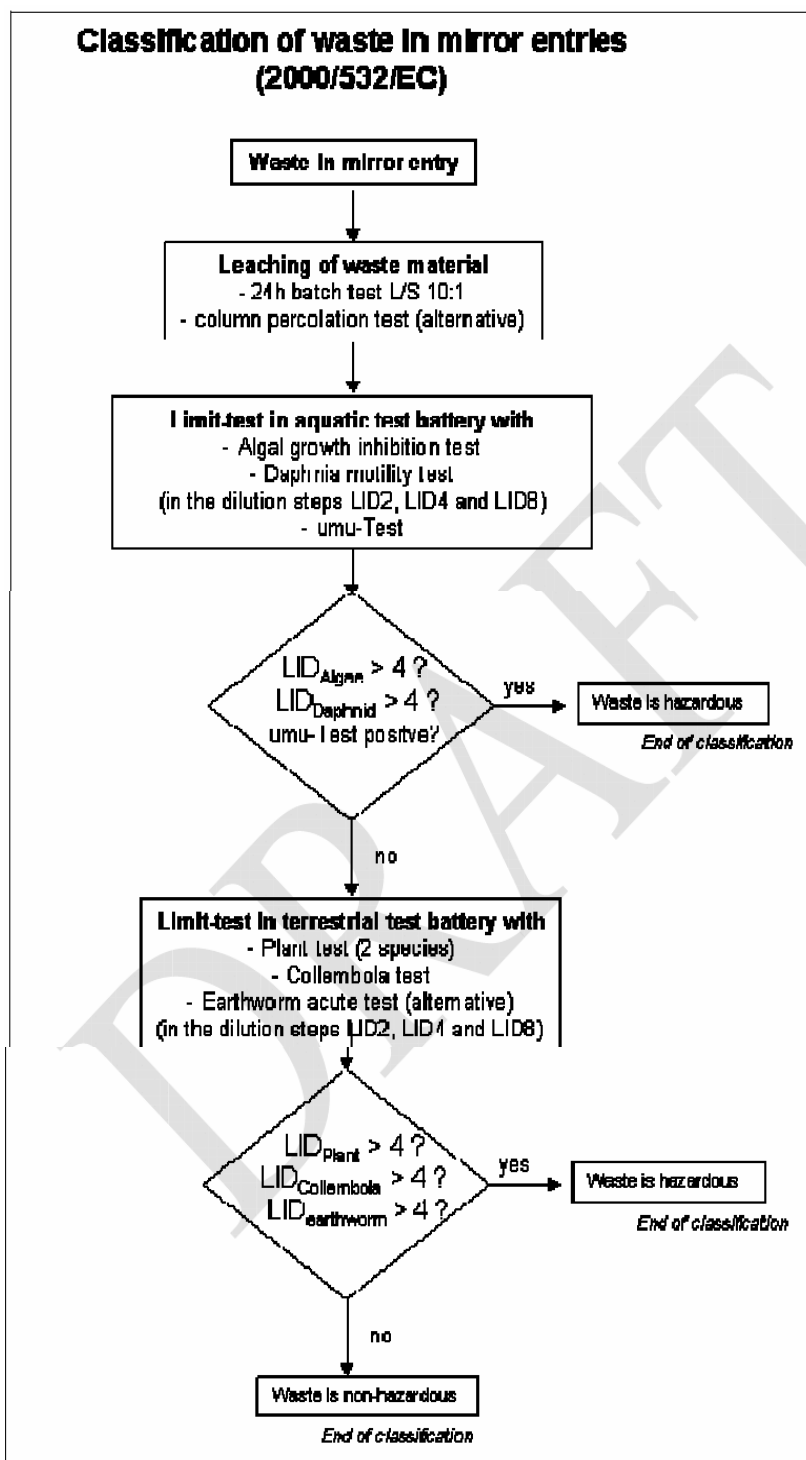


Figure 7.2-1 Test strategy for the H14-assessment of waste listed in mirror entries of the European waste list.

³ Ce document nous a été transmis à titre de communication personnelle confidentielle, il ne sera donc pas annexé in extenso au rapport.

Il s'agit d'une démarche par étapes successives : dans un premier temps des essais algues (croissance), daphnie (immobilisation), et Umu (génotoxicité) sont réalisés sur un éluat (ratio 1/10) par lixiviation ou par percolation. Nous signalons à ce propos que, lors du séminaire du 16 juin 2008 qu'EEDEMS a organisé sur l'évaluation environnementale des produits de construction⁴ (voir programme en annexe 5-1), Peter Grathwohl a présenté un projet d'essai de percolation allemand (DIN 19528). Les résultats de ces essais obtenus pour une dilution au ¼ de l'éluat sont comparés à un seuil (certains textes suggèrent le seuil de 25% d'effet) pour définir si le déchet est dangereux ou s'il est nécessaire de poursuivre la procédure.

En l'absence de toxicité à la première étape, des essais avec des organismes terrestres sont réalisés sur le déchet (croissance de deux espèces de végétaux, reproduction des collemboles ou Enchytraeides et mortalité des vers de terre). Les résultats de ces essais obtenus pour une dilution au ¼ du déchet sont comparés à un seuil (par exemple : 25% d'inhibition pour la croissance de l'algue, 20% d'immobilisation des daphnies, 30% d'inhibition de la croissance des plantes) pour définir si le déchet est dangereux. A la fin de cette étape, le déchet est classé dangereux ou non dangereux.

On notera que pour les deux étapes, les essais sont réalisés sans chercher à obtenir de CE50 ou de CE20. Il s'agit de tests dits "limites".

Les effets sont mesurés pour trois dilutions prédéfinies (1/2, 1/4 et 1/8) exprimés sous la forme de facteur de dilution (respectivement 2, 4, 8), et comparés à un seuil qui n'est pas encore défini et qui peut varier selon les essais.

Dans ce document provisoire allemand, il est explicitement précisé que si le déchet peut être classé dangereux par un autre critère H nécessitant moins d'efforts analytiques, il n'est pas obligatoire de mettre en œuvre le critère H14.

Une démarche d'utilisation des bioessais pour l'évaluation des risques par exemple pour un scénario de valorisation environnementale est aussi proposée (voir schéma ci-après).

⁴ Dans le cadre duquel Angela Pawel de l'UBA a présenté l'évaluation écotoxicologique des produits de construction dans le cadre du DIBt-Guideline Soil and Groundwater Protection – State of the Art in Germany (voir annexe 5-2)

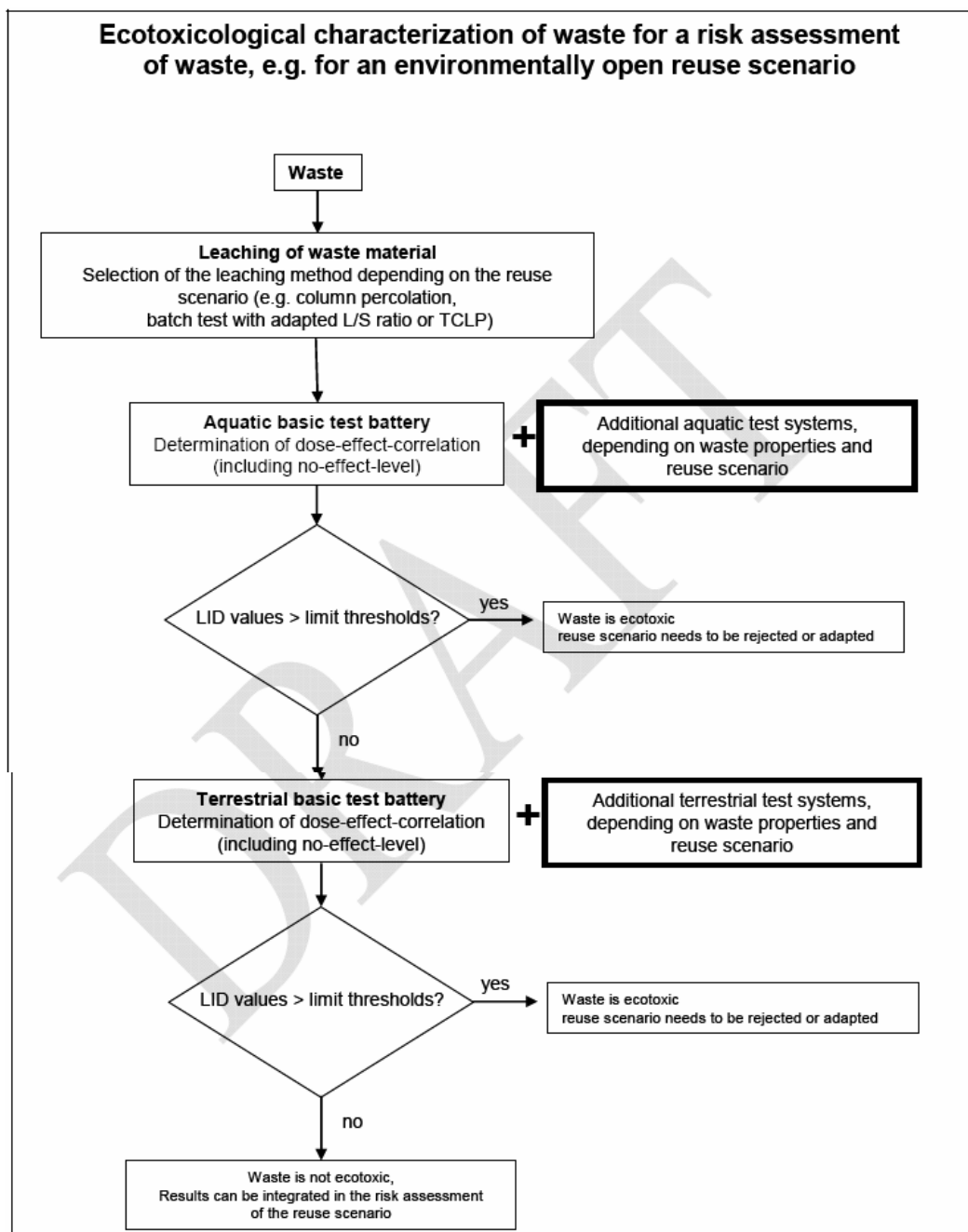


Figure 7.2-3 Teststrategie für die ökotoxikologische Basischarakterisierung von Abfällen

Cette approche en scénarios correspond à la position française (portée par l'ADEME) qui a abouti à la norme EN12920. Cette norme ne préconise pas explicitement le recours à la caractérisation écotoxicologique des éluats mais cette démarche est pratiquée dans la plupart des applications sur le terrain (en cas de scénarios de valorisation en technique routière notamment). La combinaison "évaluation du terme source" par lixiviation et "évaluation de l'impact" par écotoxicologie s'inscrit dans la démarche d'écocompatibilité de l'ADEME.

Les dernières relances de Jacques Méhu pour obtenir quelques informations complémentaires sur les orientations possibles du futur texte allemand sont restées sans réponse. Voir le dernier échange de mails ci-dessous :

----- Message original -----

Sujet: AW: synthyesis on German political position on H14
Date: Wed, 25 Jun 2008 15:59:07 +0200
De: Moser, Heidrun
Pour :: Jacques MEHU - INSA de Lyon <jacques.mehu@insa-lyon.fr>
Copie à :: Kessler, Hermann <hermann.kessler@uba.de>

Thanks for this information. We have to deliver our synthesis in French before the 15th of July. Could tell us in few words the nature of the evolution you mention?
Thanks in advance,
Jacques.

Moser, Heidrun a écrit :

Dear Jacques,
We have had a meeting on the final test battery on Friday, I guess that we will have some modifications compared to the draft, I have sent to you. I hope this will not cause any trouble,
Best regards
Heidrun

4 Objectif 2 : contribution de POLDEN aux travaux expérimentaux de l'étude interlaboratoires et coordination des travaux des autres laboratoires français soutenus par l'association RE.CO.R.D. dans ce cadre

4.1 Rappel du contexte et des résultats obtenus par les laboratoires français

POLDEN a organisé à Lyon le 7 novembre 2006 une réunion technique réunissant les trois autres laboratoires français volontaires pour participer aux essais circulaires (voir le compte rendu en annexe A1-2).

Trois des laboratoires (POLDEN, INERIS, IRH), se sont engagés pour traiter les trois déchets, et le LSEH-L s'engage pour un des déchets (a priori les cendres d'incinération). La participation financière de RE.CO.R.D. est proportionnelle au nombre de déchets traités.

Sur chaque déchet la batterie suivante est retenue pour les quatre laboratoires français :

- ✓ sur l'éluat du déchet :
 - inhibition de la luminescence de *Vibrio fischeri* (Microtox®) - EN ISO 11348- 3
 - inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* en 24 et 48h - EN ISO 6341
 - inhibition de la croissance de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata* - EN ISO 8692
 - inhibition de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia* en 7j - ISO/CD 20665
 - inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* - ISO/CD 20666
- ✓ sur le déchet solide :
 - inhibition de l'émergence et de la croissance des végétaux supérieurs - ISO 11269-2
 - détermination de la toxicité aiguë vis-à-vis du ver de terre *Eisenia fetida* - ISO 11268-1

Des décisions techniques ont été prises lors de cette réunion (voir compte rendu en annexe A1-2).

La date butoir pour la transmission de leurs résultats par les laboratoires participants à l'Association RE.CO.R.D., à POLDEN pour synthèse et à l'Allemagne, était le 30 mars 2007.

Au 22 décembre 2006, date de la finalisation de la première note d'avancement, les laboratoires français avaient reçu l'ensemble des déchets sur lesquels ils devaient travailler (excepté l'IRH qui attendait encore l'échantillon de sol pollué à cette date), et avaient commencé les essais.

Les résultats analytiques des laboratoires français sont présentés en annexe A2-4.

Dans l'ensemble, ces résultats montrent une homogénéité satisfaisante exceptée pour l'essai d'inhibition de la croissance des algues.

Le protocole retenu pour les essais d'inhibition de la germination de semences végétales est de dénombrer les semences germées 6 à 7 jours après les semis. Cette option semble être à l'origine de la variabilité des résultats constatée pour ce paramètre. Le protocole habituel est d'attendre la germination de la majorité des semences dans les lots témoins (soit 8 à 10 jours après les semis).

Résultats des laboratoires français pour l'échantillon de cendres d'incinération (INC)

I N C	Daphnie CE 50 48h	INERIS 1.33% (1.28-1.39)	IRH 2.0% (1.7-2.3)	POLDEN 2.68% (2.26 - 3.09)	CARSO/LSEH 1,64% (1.50 - 1.68)
	Microtox CE 50 30 min	26.3% (24.1 - 28.2)	28.7% (13.9-59.4)	25.45% (20.31 - 31.88)	25.8% (23.6 - 28.7)
	Algues CE 50 72h	1.04% (0.94-1.17)	7.3% (7.0-7.5)	3.83% (0.91 - 16.13)	1% (0.97 - 1.04)
	Brachionus CE 50 48h	4.43% 4.12-5.45)	5.8% (5.0-6.7)	4.40% (2.35 - 2.49)	5% (4 - 6)
	Cériodaphnie CE 50 7j	Essai 1 : 6.58% (4.64-18.85) Essai 2 : 0.95% (0.31-1.79)	2.4% (2.0 -3.0)	Repro.: 5.67% (4.28-6.51) Crois. pop: 6.06% (4.30-6.95)	4,6% (3.5 - 6)
	Avoine CE 50 émergence 6-7j	54.2% (50.3-73.0)	26.1% (18.3-37.3)	13.09% (10.02 - 17.10)	49,6% (42 - 64)
	Avoine CE 50 biomasse 19j	30.1% (25.0-35.6)	34.4% (30.1-39.1)	21,95% (16.07 - 29.98)	26,6% (21.3 - 32.4)
	Colza CE 50 émergence 6-7j	37.3% (33.0-45.6)	29.9% (19.7 -47.3)	21.95% (16,07 - 29.98)	44,1% (41,5 - 45,4)
	Colza CE 50 biomasse 19j	20.8% (17.1-23.9)	35.7% (26.9-47.8)	24,80% (15.97- 38.49)	18.8% (12.3 - 28.9)
	Vers CL 50 14j	≈ 50%	60.1% (58.7- 61.8)	53.16% (46.47 - 60.81)	37% (35.6 - 38.2)

Pour l'échantillon de cendres d'incinération, on notera que :

- ✓ l'essai aigu vis-à-vis de *Daphnia magna* en 48h est légèrement plus sensible que l'essai chronique vis-à-vis de *Ceriodaphnia dubia*, ce qui est inhabituel,
- ✓ l'essai Microtox est le moins sensible des essais aigus ; ce qui apparaît logique du fait de la nature inorganique de la contamination,
- ✓ la sensibilité de l'essai chronique *B. calyciflorus* est comparable à celle de l'essai *C. dubia*,
- ✓ hormis les résultats sur l'inhibition de la germination, la dispersion des résultats obtenus pour l'inhibition de la biomasse végétale et pour les vers de terre sont comparables,
- ✓ l'essai de létalité vis-à-vis du vers de terre est moins sensible que l'essai d'inhibition de la croissance des végétaux.
- ✓ les résultats de l'essai algues sont trop dispersés pour que l'on puisse en positionner la sensibilité par rapport aux autres essais ; cette dispersion est supérieure à celle des résultats des essais de référence réalisés avec du bichromate de potassium (CE50r 72h LSEH = 0,9 mg/l, IRH : 1,27 mg/l, INERIS : 1,29 mg/l, POLDEN 1,35 mg/l).

Par ailleurs, l'INERIS a réalisé des essais de répétabilité sur ce déchet pour les essais Daphnie, Brachionus, Microtox et algues.

Résultats obtenus pour l'échantillon de bois traité (WOO)

W O O		INERIS	IRH	POLDEN	CARSO/LSEH
	Daphnie CE 50 48h	0.10% (0.08-0.16)	0.56% (0.48-0.65)	0.055% (0.048 - 0.064)	
	Microtox CE 50 30 min	0.62% (0.59-0.66)	0.52% (0.071-3.7)	0.68% (0.62 - 0.75)	
	Algues CE 50 72h	0.16% (0.17-0.17)	0.23% (0.22-0.24)	0.34% (0.07 - 1.60)	
	Brachionus CE 50 48h	0.14%	0.11% (0.084-0.13)	0.17% (0.16 - 0.47)	
	Cériodaphnie CE 50 7j	0.09% (0.06-0.13)	0.048% (0.041-0.055)	Repro.: 0.093% (0.05-0.20) Crois. pop: 0.08% (0.05-0.13)	
	Avoine CE 50 émergence 6-7j	22% d'effet à 100%	7.7% (5.3-12.7)	17.13% (11.66 - 25.15)	
	Avoine CE 50 biomasse 19j	7.17% (5.43-9.50)	5,1% (2.8 - 11.4)	8.96% (6.02 - 13.29)	
	Colza CE 50 émergence 6-7j	7.12% (6.04-8.80)	6.4% (3.8-15.3)	7.19% (6.06 - 10.32)	
	Colza CE 50 biomasse 19j	2.29% (1.89-2.72)	3.8% (2.4-6.2)	2.70% (2.02 - 3.61)	
Vers CL 50 14j	18.8%	22.7% (20.6-21.5)	19.44% (14.85 - 25.43)		

Pour l'échantillon de bois traité, on notera que :

- ✓ l'essai Microtox est donne des résultats du même ordre de grandeur que ceux de *D. magna*,
- ✓ les résultats des essais d'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* apparaissent très dispersés et s'échelonnent dans un ordre de grandeur
- ✓ l'essai chronique *B. calyciflorus* est légèrement moins sensible que l'essai *C. dubia*,
- ✓ l'essai algues est le moins sensible des trois essais chroniques (algues, *C. dubia* et *B. calyciflorus*),
- ✓ hormis les résultats sur l'inhibition de la germination de l'avoine, la dispersion des résultats obtenus pour l'inhibition de la biomasse et pour les vers de terre sont comparables,
- ✓ l'essai de létalité vis-à-vis du vers de terre est moins sensible que l'essai d'inhibition de la croissance des végétaux.

Résultats obtenus pour l'échantillon de sol pollué (SOI)

		INERIS	IRH	POLDEN	CARSO/LSEH
S O I	Daphnie CE 50 48h	pas d'inhibition à 100%	pas d'inhibition à 100%	pas d'inhibition à 100%	
	Microtox CE 50 30 min	≈ 80%	> 100%	>75%	
	Algues CE 50 72h	≈ 90%	non toxique à 90%	non toxique à 80%	
	Brachionus CE 50 48h	pas d'inhibition à 90%	non toxique à 90%	non toxique à 90%	
	Cériodaphnie CE 50 7j	info manquante	non toxique à 90%	non toxique à 90%	
	Avoine CE 50 émergence 6-7j	pas d'inhibition à 100%	non toxique	pas d'inhibition à 100%	
	Avoine CE 50 biomasse 19j	33% d'effet à 100%	non toxique	non toxique à 100%	
	Colza CE 50 émergence 6-7j	pas d'inhibition à 100%	non toxique	pas d'inhibition à 100%	
	Colza CE 50 biomasse 19j	67% (54.4-87.0)	97.2% (76.2->100)	non toxique à 100%	
Vers CL 50 14j	50% < CL 50 < 100%	non toxique	non toxique à 100%		

Pour l'échantillon de sol contaminé, on notera que la très faible toxicité de ce déchet (pour les bioessais réalisés) ne permet pas de se positionner quant à la variabilité des résultats.

Ces résultats nous montrent que la batterie d'essais permet de faire la discrimination entre des déchets de trois niveaux de toxicité différents et que les seuils habituellement utilisés en France (1% pour la toxicité chronique et de 10% pour la toxicité aiguë) restent pertinents.

Le bilan de la réunion finale de restitution des résultats de l'essai circulaire européen a fait l'objet de la note d'avancement n°2 transmise aux tuteurs industriels de l'étude en juillet 2007. Le contenu de cette note d'avancement est repris ci-dessous.

4.2 Bilan de la réunion finale de la campagne d'essais - Berlin, 29 juin 2007

Note : Pour plus de lisibilité, le compte-rendu des propos tenus et des tableaux présentés lors de la réunion sont présentés en caractères droits alors que les commentaires français (P. Pandard & C. Bazin) sont matérialisés en italique et signalés par deux traits en marge gauche.

Les documents de synthèse présentés lors de la réunion ont été distribués en version papier et sont incomplets (diapositives et/ou informations manquantes telles que des traits, des intervalles de confiance...). Actuellement, les diaporamas en version informatiques ne sont pas disponibles. Ils ont été demandés à leurs auteurs, demandes et relances sans réponse à la date de rédaction du présent document. Les diapositives les plus significatives ont été scannées et intégrées à ce rapport.

La réunion finale de restitution de la campagne d'essais circulaires européens s'est tenue à Berlin, le 29 juin 2007, en présence d'une centaine de participants.

Lors du discours d'ouverture, **Mr Kopp**, Ministère allemand de l'Environnement, de la Protection de la nature et de la Sûreté Nucléaire (*Federal Ministry for the Environment, Nature Conservation and Nuclear Safety*) a clairement rappelé que l'Allemagne avait la volonté de valider une batterie d'essais ainsi qu'une stratégie appropriée à l'évaluation du critère H14 d'un point de vue réglementaire, dans un premier temps au niveau national, puis de faire des propositions au niveau européen. L'objectif étant, pour l'Allemagne, de disposer d'une stratégie qui permette de différencier les déchets dangereux des déchets non dangereux, en particulier pour les entrées miroirs.

Mr Kopp a annoncé que les prochaines étapes de cette entreprise étaient la standardisation, allemande puis européenne de cette stratégie, puis l'élaboration de recommandations pour les législations qui suivront.

Remarque : une intervention de H. Moser (UBA - organisatrice des essais circulaires) fait état de 15 critères pour la caractérisation du danger des déchets⁵. Un nouveau critère "H13" : "sensibilisant" remplace l'ancien (émission de substances dangereuses) qui devient "H15". Ce critère est en discussion à Bruxelles depuis février 2006.

4.2.1 Ampleur de l'essai circulaire

Les services du BAM ont assuré le traitement des résultats fournis par les laboratoires.

Les fiches descriptives des trois déchets analysés sont présentées en annexe 2 (version papier d'un diaporama PowerPoint incomplet à ce jour, une version complète sera disponible lorsque l'ouvrage récapitulant les résultats de l'essai circulaire sera publié⁶).

Pour information, le déchet INC est une cendre ("bottom ash") d'incinération de déchets ménagers d'une installation hollandaise (compléments d'informations en annexe A2-2b). Le déchet (720 kg) était initialement humide et hétérogène, il a été séché, broyé et tamisé

⁵ Voir en annexe 3-13 le document non officiel 11362/07 du Conseil de l'Union Européenne daté du 29 juin 2007 ("Proposal for a Directive of the European Parliament and of the Council on waste - Political agreement").

⁶ Ce document de synthèse sera publié début 2009 sous le titre "Ecotoxicological characterization of waste, results and experiences from an European ring test" J. Roembke, R. Becker & H. Moser editors, Springer

à <4 mm en plusieurs étapes avant d'être homogénéisé et envoyé aux laboratoires pour analyse. Ses caractéristiques sont présentées dans le tableau suivant :

Parameter	Method	INC
pH; water, 26.5°C	ISO 10390:2005	10.42 ±0.04
C:H:N analysis; %	-	C: 1.16 ±0.989 N: 0.035±0.002 H: 0.423±0.002
Water content;%	<i>Karl-Fischer-Titration</i>	1.99 ± 0.04

Caractéristiques du déchet INC

Plusieurs laboratoires ont dosé les principaux métaux présents dans ce déchet. La dispersion de certains des résultats obtenus (Cu, Mn, Pb, Zn) laisse penser que le matériau distribué aux laboratoires n'était pas homogène :

No.	As (µg/L)	Cd (µg/L)	Cr (µg/L)	Cu (µg/L)	Hg (µg/L)	Mn (µg/L)	Ni (µg/L)	Pb (µg/L)	Zn (µg/L)
INC-02	< 1	0.4	24.0	271	< 0.1	26.4	4.2	76.2	169
INC-15	< 1	0.2	10.9	89.8	< 0.1	< 2	1.9	12.3	3.7
INC-22	< 1	< 0.1	26.4	75.4	< 0.1	< 2	< 1	11.8	< 2
INC-23	< 1	< 0.1	33.5	157	< 0.1	< 2	< 1	13.4	< 2
INC-32	< 1	0.2	17.0	136	< 0.1	40.8	5.5	1960	232
INC-59	< 1	< 0.1	19.6	169	< 0.1	1.4	< 1	19.2	7.3
INC-62	< 1	< 0.1	21.3	172	< 0.1	< 2	< 1	18.6	4.8

Lors de la réunion finale de restitution de la campagne d'essais circulaires européens qui s'est tenue à Berlin, seuls les aspects biologiques (CE50 pour chaque essai et pour chaque déchet) ont été présentés. Ni les essais sur les substances de référence, ni les points liés à la préparation des échantillons (lixiviation, respect des procédures standardisées...), ni les résultats des analyses chimiques n'ont encore été traités. Les organisateurs reconnaissent qu'un gros travail d'exploitation des résultats reste encore à faire.

Des laboratoires de 15 pays ont participé à l'essai circulaire :

Autriche :	1	Irlande :	1	Slovaquie :	1
Belgique :	5	Italie :	5	Espagne :	4
Rép. Tchèque :	4	Pays Bas :	1	Suède :	3
France :	4	Norvège :	1	Royaume Uni :	1
Allemagne :	23	Portugal :	4	USA :	1

Les laboratoires participants se répartissent de la façon suivante :

Universités :	16
Institutions publiques :	16
Laboratoires privés :	28
Laboratoires industriels :	0

Pour la batterie d'essais minimale (5 bioessais), le rapport des résultats effectivement rendus aux résultats attendus est le suivant :

	attendus	effectivement rendus	pourcentage de résultats rendus
Algues	129	141	109%
<i>D. magna</i>	150	161	107%
Microtox	138	151	109%
<i>Eisenia fetida aigu</i>	69	52	75%
Végétaux	150	124	83%

Pour les essais aquatiques optionnels, le rapport des résultats rendus aux résultats attendus est le suivant :

	attendus	effectivement rendus	pourcentage de résultats rendus
<i>Lemna minor</i>	42	48	114%
<i>Brachionus calyciflorus</i>	15	20	133%
<i>Pseudomonas putida</i>	15	12	80%
<i>Ceriodaphnia dubia</i>	15	10	67%
Test Umu	15	23	153%

Pour les essais terrestres optionnels, le rapport des résultats rendus aux résultats attendus est le suivant :

	attendus	effectivement rendus	pourcentage de résultats rendus
Collemboles	24	21	88%
Vers de terre reproduction	27	14	52%
Vers de terre évitement	24	6 ^(*)	25% ^(*)
Enchytraeides	21	9 ^(*)	43% ^(*)
Arthrobacter	21	22	105%

Pour l'ensemble des trois déchets, le nombre de batteries d'essais réalisées est important :

	jeux de données disponibles
essais aquatiques - batterie minimale	453
essais terrestres - batterie minimale	176
essais aquatiques optionnels	113
essais terrestres optionnels	72
total	814

Lors de la réunion finale de restitution à Berlin, il est reconnu que l'exploitation des résultats des bioessais demande à être retravaillée, en particulier la validation des données, la validation des essais sur les substances de référence, et les conditions d'exclusion de jeux de données (en particulier pour les essais dont le protocole n'a pas respecté la procédure). Lors de la réunion, aucune décision concrète n'a été prise sur les jeux de données à exclure de l'exploitation statistique.

4.2.2 Résultats de l'essai circulaire

D'un point de vue général, on peut signaler que :

- ✓ certains laboratoires n'ont pas respecté les procédures (SOP), depuis la mise en œuvre des essais de lixiviation, jusqu'à la réalisation des essais. Cet état de fait se traduit par une forte hétérogénéité des conditions expérimentales (volumes d'incubation des algues, souches d'organismes, voire espèces différentes, nature des substrats de dilution...), et par la dispersion des résultats de certains essais.
- ✓ les résultats des essais "acceptés" pour le traitement statistique ont été présentés lors de la réunion (et font l'objet des documents inclus dans le texte ci-dessus). Ce n'est pas le cas des résultats "acceptables" (par exemple obtenus sans respecter strictement la procédure, sans valider le témoin, avec une CE50 hors gamme pour l'essai de référence...).
- ✓ la variabilité dans la préparation des échantillons et en particulier la lixiviation, n'a pas été prise en compte. Ce paramètre est pourtant prépondérant dans la variabilité des résultats.

Le document de synthèse des résultats des essais est en annexe 2-5.

Globalement, la batterie minimale de bioessais (D. magna, Microtox, algues sur éluat, vers de terre aigu et végétaux sur brut) a été validée.

Validity of the tests			
Test system	Data set	Nb. invalid	Nb. not SOP
Algae test	100% (141)	27% (20)	0% (0)
Daphnia tests	100% (161)	2% (1)	5% (3)
Bacteria test	100% (151)	16% (24)	3% (5)
Plant tests	100% (124)	11% (14)	6% (7)
Earthworm tests	100% (52)	0% (0)	8% (4)

*The very majority followed the SOP
a few, no → 2-3 replicates without*

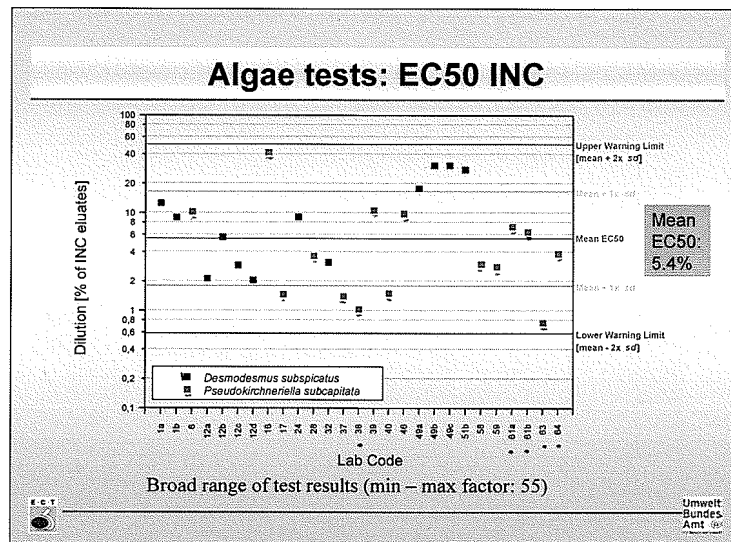
Umwelt-Bundes-Amt

Les résultats des essais non validés sont ceux pour lesquels les critères de validité retenus ne sont pas remplis (mortalité dans les témoins, taux de croissance dans les témoins...). Les résultats "non SOP" sont ceux pour lesquels la mise en œuvre des procédures retenues (SOP) n'a pas été respectée (essais sans répétitions au lieu de 3 répétitions pour les conditions SOP, par exemple).

4.2.3 Essai d'inhibition de la croissance de populations d'algues vertes unicellulaires

La distribution des résultats des essais obtenus pour l'essai algues est illustrée par les graphes suivants. En abscisse, on trouve les numéros d'identification des laboratoires participants, et en ordonnée, la valeur de la CE50 obtenue.

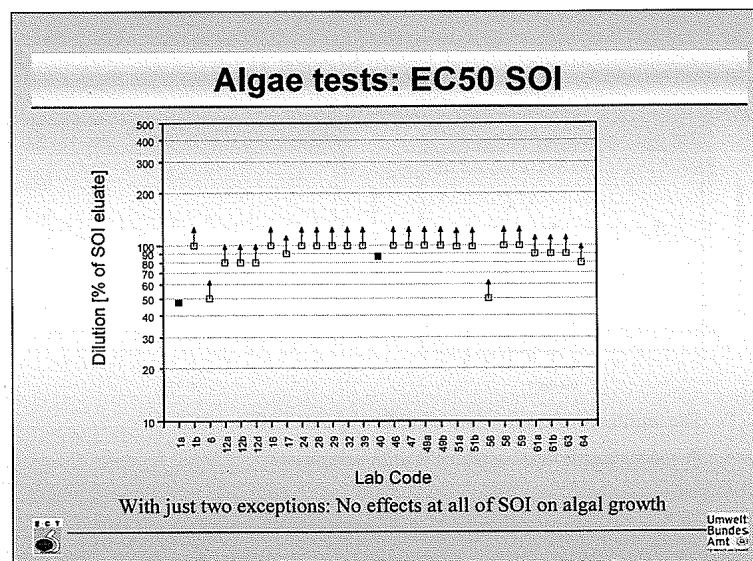
Résultats des essais obtenus pour le déchet INC



On note une dispersion importante des résultats obtenus pour le déchet INC (facteur 55 entre la valeur minimale et la valeur maximale, soit des CE50 de 0,8% à 40% avec une moyenne de 5,6%).

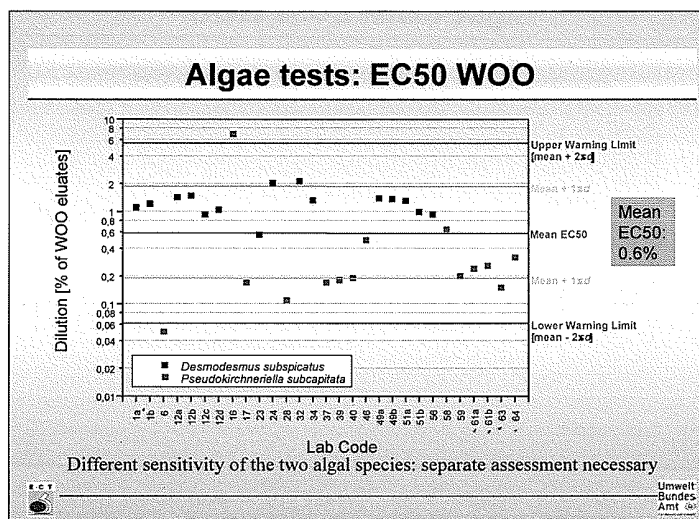
La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français est de 3,3% ± 2,98.

Résultats des essais obtenus pour le déchet SOI



Deux laboratoires mis à part, le déchet SOI n'a pas montré de toxicité pour les algues.

Résultats des essais obtenus pour le déchet WOO



Les CE50 obtenues pour le déchet WOO vont de 0,1% à 2% avec une moyenne de 0,6%.

La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français est de 0,24% ± 0,09.

On notera que la procédure (SOP) retenue pour l'essai algues permettait d'utiliser deux espèces d'algues différentes (*Pseudokirchneriella subcapitata* et *Desmodesmus subspicatus*) ainsi que la réalisation de l'essai en flacons ou en microplaques. Ces variantes possibles ont introduit une variabilité inhabituelle dans les résultats. L'effet "souche" est en particulier visible sur les schémas originaux (en couleur) : pour le déchet WOO : tous les points en dessous de la moyenne sont obtenus avec *P. subcapitata*, et tous les points au dessus de la moyenne sont obtenus avec *D. subspicatus*. Cette observation n'est pas vérifiée avec l'échantillon INC, dont l'homogénéité a elle-même été remise en cause. Pour information : seule l'algue *P. subcapitata* est utilisée en France.

Les critères d'acceptabilité des résultats à prendre en compte (ou à rejeter) pour les analyses statistiques n'ont pas été discutés.

En conclusion, l'essai d'inhibition de la croissance algale est reconnu comme pouvant faire partie de la batterie d'essais finale.

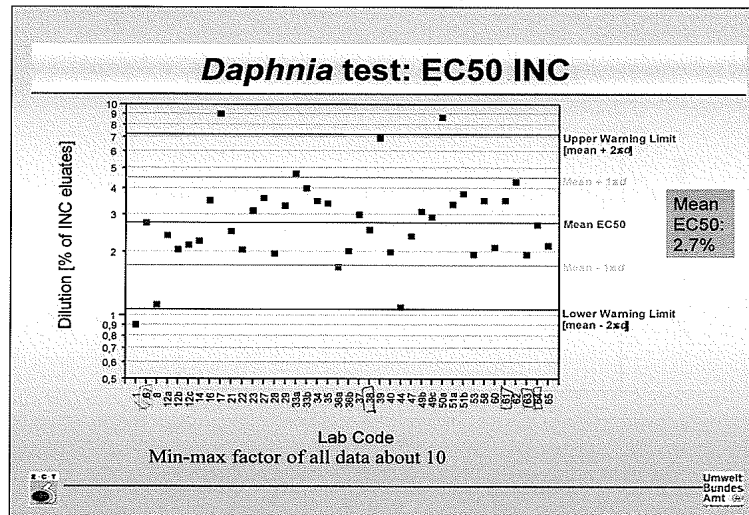
Algae: Summary of results	
Participation:	38 labs 141 tests
Methodology:	Performance without problems, but differences in sensitivity between species possible
Acceptance:	53 tests not accepted (38%)
Reference testing:	Required; 38 labs tested potassiumdichromate
Sensitivity:	Medium; almost no reaction in SOI tests
Reliability:	Only 1 - 2 tests outside the warning limits; min-max factor high (up to 135); partly lower on the species level (<i>D. subspicatus</i> : 4 - 15)
Recommendation:	Should be part of the final test battery; → Acceptance criteria have to be discussed

Umwelt Bundes Amt

A notre avis, il est indispensable de différencier les jeux de résultats des deux espèces pour en faire l'analyse statistique séparément.

4.2.4 Essai d'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna*

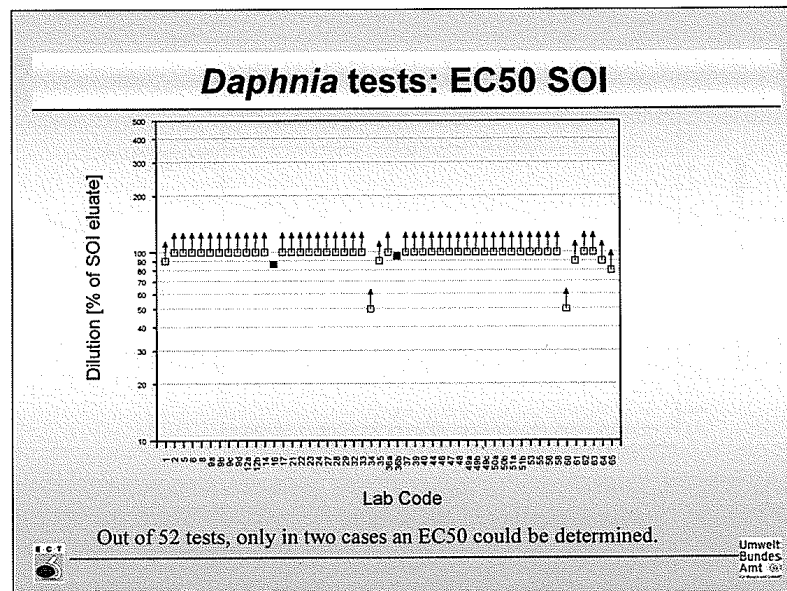
Résultats des essais obtenus pour le déchet INC



Les CE50 obtenues pour le déchet INC vont de 2,1% à 7% avec une moyenne de 2,7% (le facteur entre les valeurs min. et max est d'environ 10).

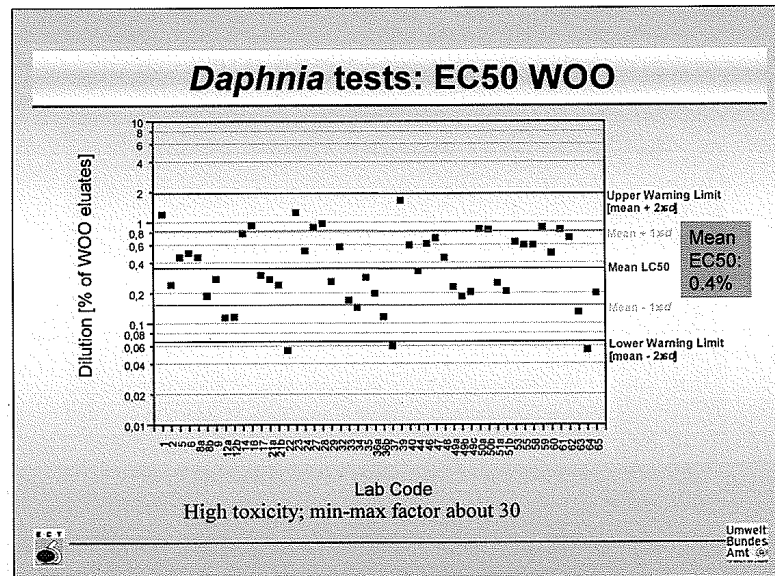
La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français est de 2,51% ± 0,89.

Résultats des essais obtenus pour le déchet SOI



A deux exceptions près, le déchet SOI n'a pas montré de toxicité pour les daphnies.

Résultats des essais obtenus pour le déchet WOO



Les CE50 obtenues pour le déchet WOO vont de 0,06% à 2% avec une moyenne de 0,4%. Le facteur entre les valeurs min. et max est d'environ 30.

La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français est de 0,23% ± 0,28.

En conclusion, l'essai d'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* est reconnu comme pouvant faire partie de la batterie d'essais finale. Pour les trois déchets analysés, cet essai s'est souvent montré le plus sensible.

Daphnia: Summary of results

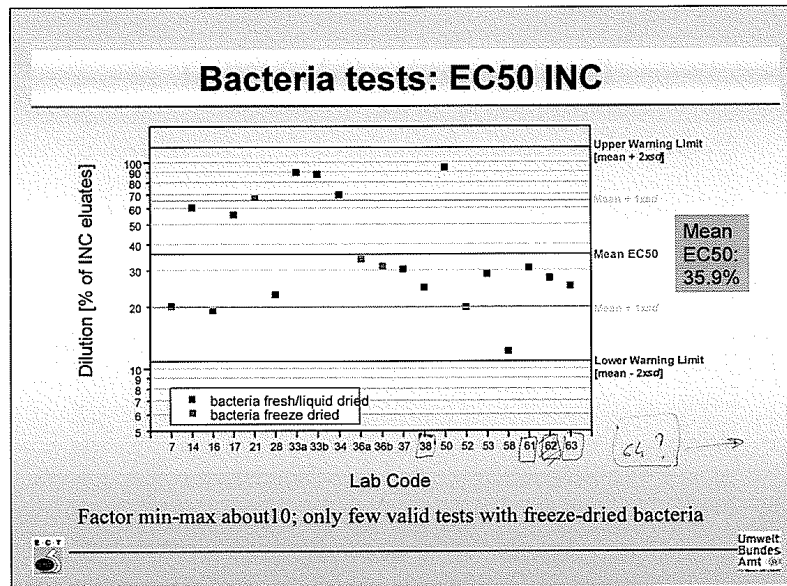
Participation:	45 labs	151 tests
Methodology:	Performance without problems	
Acceptance status:	11 tests not accepted (7%)	
Reference testing:	Required; 44 labs tested potassium dichromate	
Sensitivity:	High; often the most sensitive test Almost no reaction in SOI tests	
Reliability:	Only six tests outside the warning limits; min-max factor acceptable (10 – 30)	
Recommendation:	Should be part of the final test battery	

Umwelt-
Bundes-
Amt

Il était convenu de réaliser les essais en 24 heures (consigne prise en compte dans la procédure SOP). Nous regrettons que seules les CE50 en 48 heures aient été prises en compte pour l'analyse statistique.

4.2.5 Essai d'inhibition de la luminescence de *Vibrio fischeri* (Microtox®)

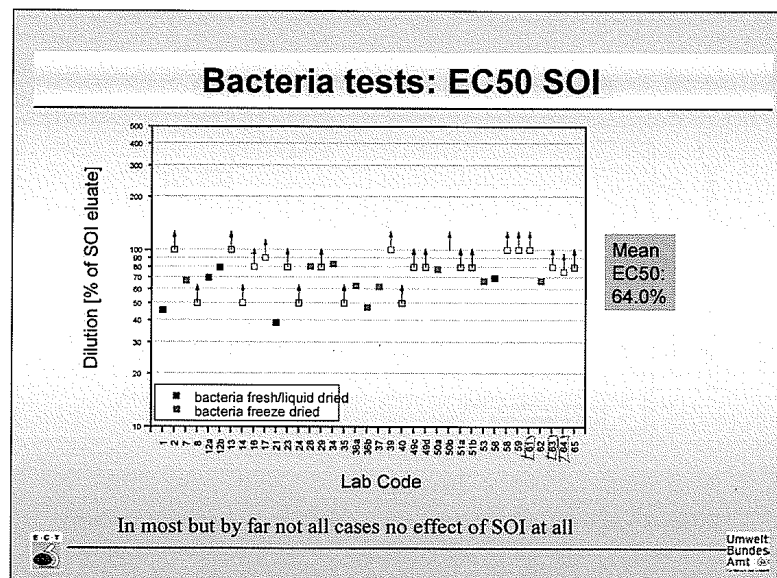
Résultats des essais obtenus pour le déchet INC



Les CE50 obtenues pour le déchet INC vont de 10% à 100%, avec une moyenne de 35,9% (facteur 10 entre la valeur minimale et la valeur maximale).

La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français est de 26,55% ± 1,48.

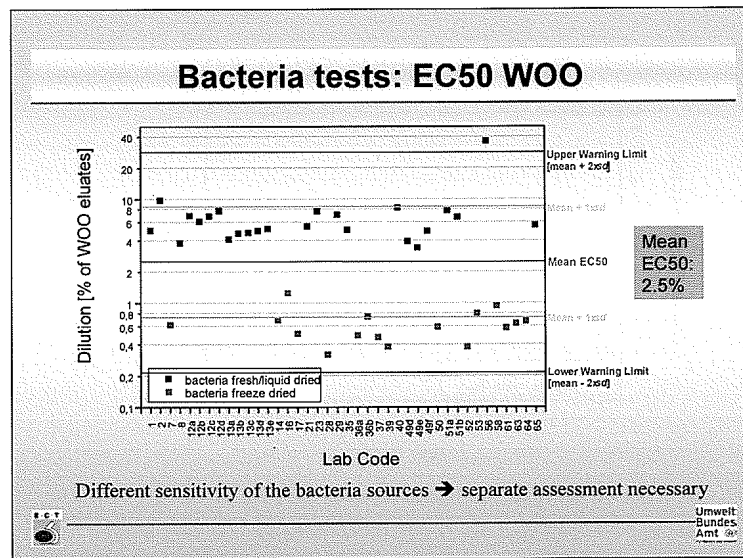
Résultats des essais obtenus pour le déchet SOI



Le déchet SOI a montré une faible toxicité pour les bactéries. Les CE50 obtenues vont de 50% à 100%, avec une moyenne de 64%. La plupart des résultats ne montrant pas de toxicité.

Les résultats des laboratoires français sont : environ 60%, >75% et >100%. La moyenne est impossible à établir.

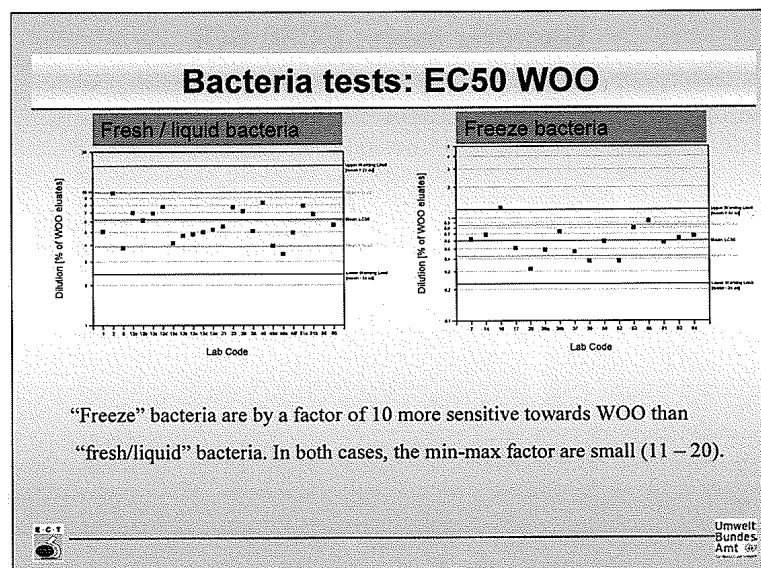
Résultats des essais obtenus pour le déchet WOO



Les CE50 obtenues pour le déchet WOO vont de 0,3% à 40% avec une moyenne de 2,5%.

Pour cet essai, la procédure (SOP) autorisait l'emploi de souches de bactéries lyophilisées du commerce ou de souches cultivées dans les laboratoires. Ces variantes ont introduit une variabilité inhabituelle dans les résultats. L'effet "souche" est en particulier visible sur le schéma original (en couleur) : pour le déchet WOO : tous les points en dessous de la moyenne sont obtenus avec les souches lyophilisées, et tous les points au dessus de la moyenne sont obtenus avec les bactéries cultivées au laboratoire (moins sensibles). Cette observation n'est pas vérifiée avec l'échantillon INC pour lequel 3 laboratoires seulement ont utilisé des cultures de bactéries.

En différenciant les résultats obtenus avec les deux types de souches bactériennes, on obtient des CE50 allant de 0,3% à 1,2% pour les bactéries lyophilisées et de 2,5% à 10% pour les cultures fraîches.



La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français (avec des bactéries lyophilisées) est de 0,61% ± 0,08.

En conclusion, l'essai d'inhibition de la luminescence de la bactérie *Vibrio fischeri* est reconnu comme pouvant faire partie de la batterie d'essais finale.

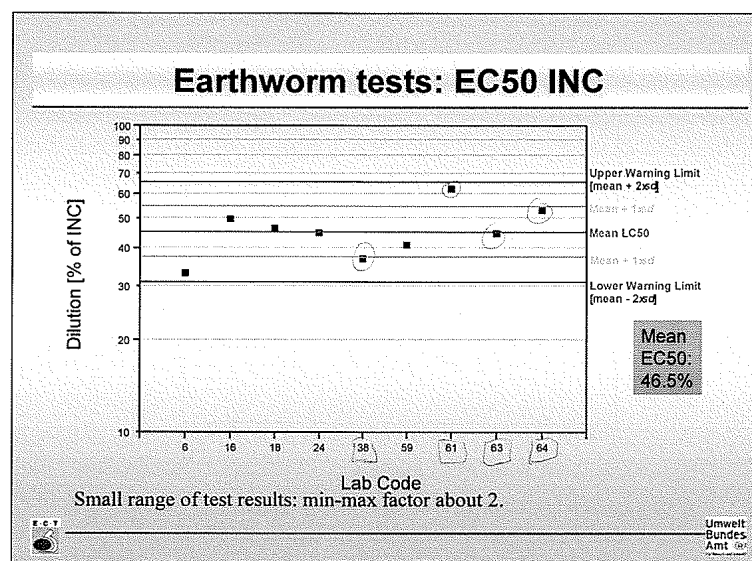
Bacteria tests: Summary of results	
Participation:	40 labs 151 tests
Methodology:	Performance without problems, but differences in sensitivity between sources possible (WOO !)
Acceptance status:	29 tests not accepted (19%)
Reference testing:	Required; 3 compounds were tested by 20 labs
Sensitivity:	Low to high (effects even in SOI tests)
Reliability:	Only 1 - 2 tests outside the warning limits; min-max factor high (2 - 114); lower when separating the sources (2 - 20)
Recommendation:	Should be part of the final test battery; Acceptance criteria have to be discussed

A notre avis, il est indispensable de différencier les jeux de résultats des deux types de souches bactériennes pour faire l'analyse statistique des résultats.

Pour information, les deux types de souches bactériennes, bien que ne présentant pas la même sensibilité vis-à-vis de certains toxiques, seront inévitablement retenues dans la future batterie d'essais car les cultures fraîches sont utilisées de préférence aux bactéries lyophilisées dans les pays de l'est de l'Europe (dont l'Allemagne).

4.2.6 Essais de toxicité aiguë vis-à-vis d'*Eisenia fetida*

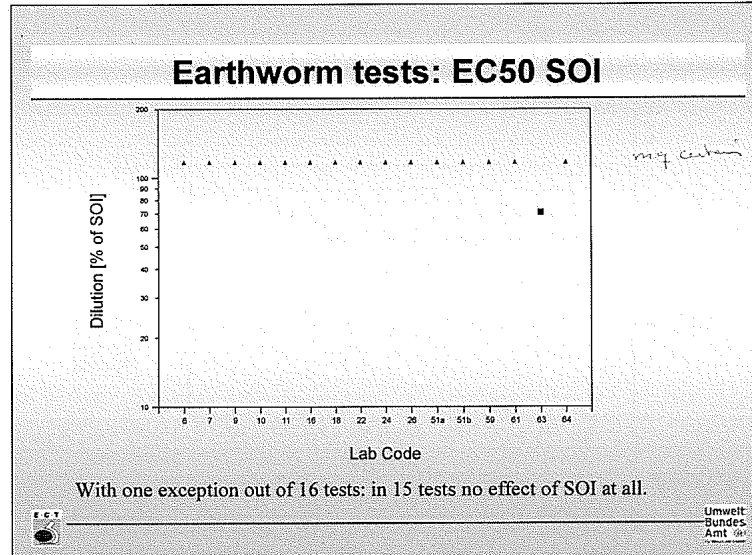
Résultats des essais obtenus pour le déchet INC



Les CE50 obtenues pour le déchet INC vont de 35% à 65%, avec une moyenne de 46,5% (facteur 2 entre la valeur minimale et la valeur maximale).

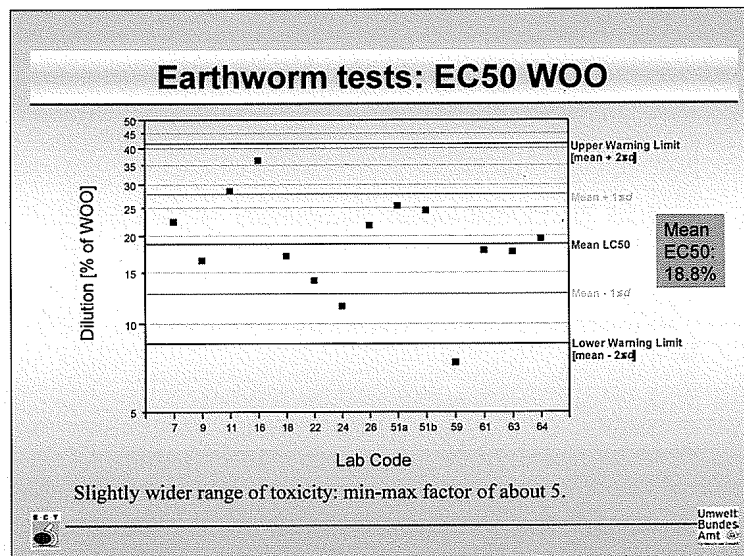
La moyenne des résultats obtenus par les laboratoires français est de 50,1% ± 9,7.

Résultats des essais obtenus pour le déchet SOI



Le déchet SOI n'a pas montré de toxicité aiguë vis-à-vis des vers de terre.

Résultats des essais obtenus pour le déchet WOO



Les CE50 obtenues pour le déchet WOO vont de 12% à 37% environ, avec une moyenne de 18,8% (facteur d'environ 5 entre la valeur minimale et la valeur maximale).

La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français est de 20,3% ± 2,09.

En conclusion, l'essai aigu vis-à-vis de vers de terre est reconnu comme pouvant faire partie de la batterie d'essais finale.

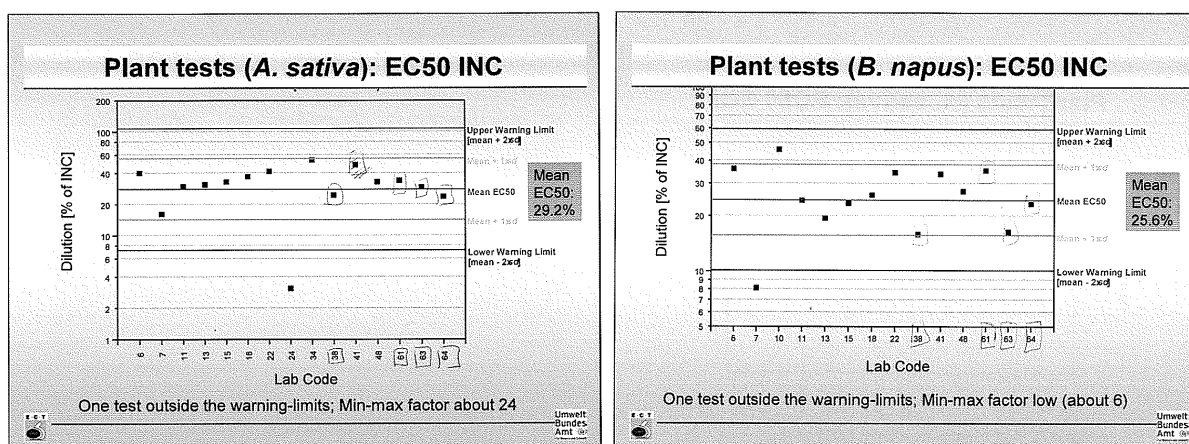
Earthworm tests: Summary of results		
Participation:	18 labs	52 tests
Methodology:	Performance without problems; guidance on moisture regulation necessary	
Acceptance status:	5 tests not accepted (10%)	
Reference testing:	Required; 11 labs with chloroacetamide data	
Sensitivity:	Low; never the most sensitive test Almost no reaction in SOI tests	
Reliability:	Only one test outside the warning limits; min-max factor very small (2 – 5)	
Recommendation:	Worm test should be part of the final test battery – alternatives have to be checked	

On notera qu'il est recommandé de trouver des alternatives à l'essai vers de terre. L'Allemagne utilise en effet des essais sur arthropodes terrestres (collemboles, acariens).

4.2.7 Essais d'inhibition de la germination de végétaux

Les documents ci-dessous ne mentionnent pas s'il s'agit de la germination ou de la croissance. La comparaison avec les résultats rendus par les laboratoires français laisse penser qu'il s'agit des résultats des essais de germination.

Résultats des essais obtenus pour le déchet INC

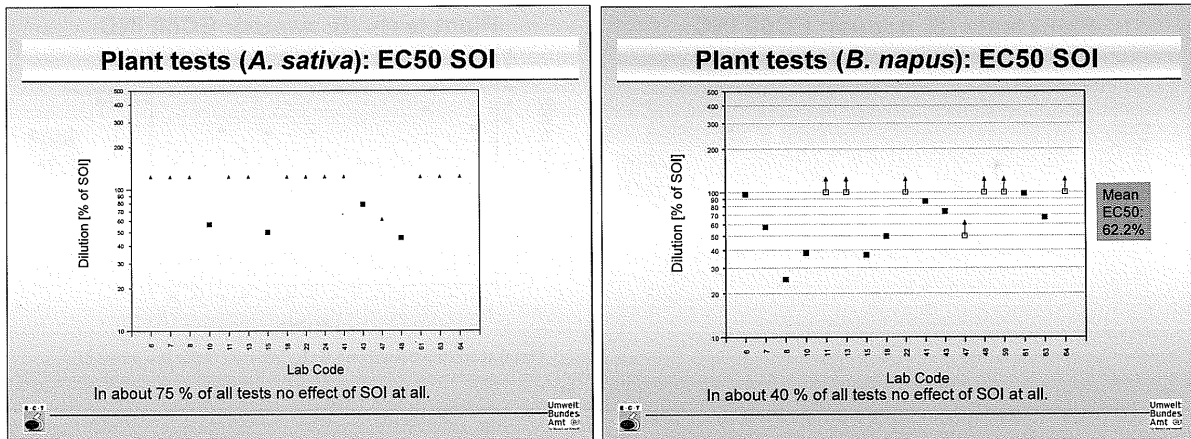


Les CE50 obtenues pour le déchet INC vont de 18% à 58% (moyenne 25,6%) pour *Avena sativa* et de 15% à 45% (moyenne de 29,2%) pour *B. napus*. Le facteur entre la valeur

minimale et la valeur maximale est d'environ 24 pour *A. sativa* et d'environ 6 pour *B. napus*.

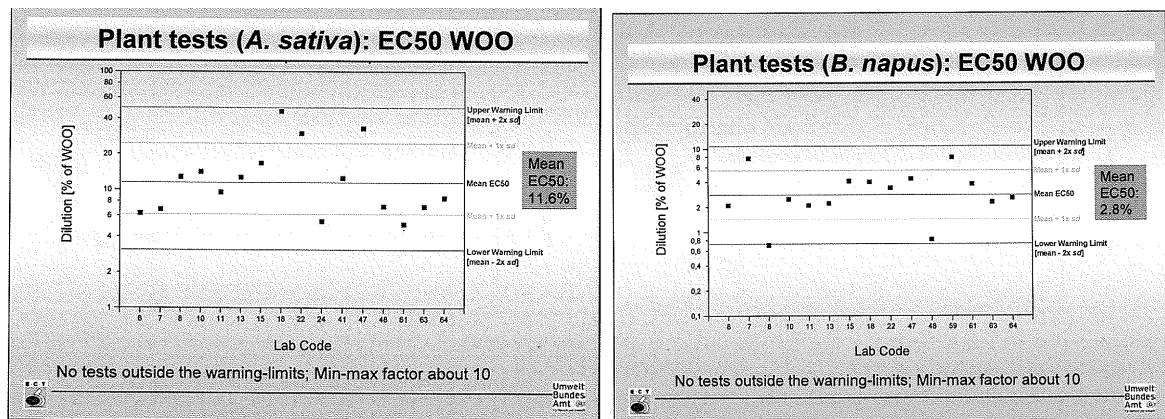
La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français est de 30% ± 17,3 pour l'avoine et de 27% ± 8,3 pour le navet.

Résultats des essais obtenus pour le déchet SOI



Le déchet SOI n'a pas montré de toxicité pour 75% des essais avec *A. sativa* et pour 40% des essais avec *B. napus*. La CE50 moyenne obtenue pour le déchet WOO avec *B. napus* est de 62,2% (sans précision sur la façon de calculer cette moyenne).

Résultats des essais obtenus pour le déchet WOO



Les CE50 obtenues pour le déchet WOO vont de 5% à 50% (moyenne 11,6%) pour *Avena sativa* et de 0,8% à 8% (moyenne de 2,8%) pour *B. napus*. Le facteur entre la valeur minimale et la valeur maximale est d'environ 10 pour *A. sativa* comme pour *B. napus*.

La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français est de 12,4% ± 6,7 pour l'avoine et de 6,9% ± 0,44 pour le navet.

La procédure (SOP) retenue pour l'essai végétaux permettait plusieurs variantes : l'utilisation du sol ISO ou d'un autre sol naturel, l'emploi ou non de solutions fertilisantes (sans toutefois préciser la composition ni la fréquence des apports). Ces options se sont traduites par une variabilité inhabituelle dans les résultats.

Les critères d'acceptabilité des résultats à prendre en compte (ou à rejeter) pour les analyses statistiques n'ont pas été discutés.

Le protocole retenu (SOP) pour les essais d'inhibition de la germination de semences végétales prévoit de dénombrer les semences germées 6 à 7 jours après les semis. Cette option explicative est probablement la grande variabilité des résultats constatée pour ce paramètre. Le protocole habituellement suivi en France est d'attendre la germination de la majorité des semences dans les lots témoins (soit 8 à 10 jours après les semis).

En conclusion, l'essai est reconnu comme pouvant faire partie de la batterie d'essais finale, *B. napus* étant identifié comme plus sensible que *A. sativa*.

Plant tests: Summary of results		
Participation:	21 labs	124 tests
Methodology:	Performance without problems; separate assessment for the two species necessary	
Acceptance status:	21 tests not accepted (17%)	
Reference testing:	Not required; 7 labs provided boric acid data.	
Sensitivity:	High; <i>B. napus</i> more sensitive than <i>A. sativa</i> (one of the few test reacting in SOI tests)	
Reliability:	Few data outside the warning limits; min-max factor acceptable (3 – 24)	
Recommendation:	Should be part of the final test battery	

4.2.8 Essais d'inhibition de la croissance de végétaux

Les résultats n'ont pas été présentés lors de la réunion.

La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français pour les essais d'inhibition de la croissance des végétaux par le déchet INC est de 28,8% ± 6,32 pour *A. sativa* et de 27,1% ± 7,71 pour *B. napus*.

Le déchet SOI n'a pas montré de toxicité.

La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français pour les essais d'inhibition de la croissance des végétaux par le déchet WOO est de 7,1% ± 1,93 pour *A. sativa* et de 2,9% ± 0,78 pour *B. napus*.

4.2.9 Essai d'inhibition de la croissance de la population de *Brachionus calyciflorus*

Ne faisant pas partie de la batterie minimale, l'essai *Brachionus* était optionnel.

Les essais optionnels ont été réalisés par un nombre de laboratoires réduit. Huit laboratoires ont réalisé l'essai *Brachionus*, et les données de deux d'entre eux n'ont pas été prises en compte.

Les résultats obtenus (CE50) sont les suivants :

<i>B. calyciflorus</i>: EC50 INC + SOI + WOO			
Lab Code	INC	SOI	WOO
36	4.6	>90.0	0.06
47	5.1	>100	0.14
61	5.8	>90.0	0.11
62	6.0	>100	0.07
63	4.2	>90	0.13
64	4.4	>100	0.17
Mean	5.0	>100	0.11
Factor min - max	1.4	?	2.8

All EC50 values in % of eluate

Two further tests not shown here

Umwelt
Bundes-
Amt

Ces résultats n'ont pas été traités en détail.

Les laboratoires français dont les données ont été prises en compte ont pour codes les numéros 38, 61, 63 et 64. Dans le tableau ci-dessus, il faut lire "38" au lieu de "36".

4.2.10 Essai d'inhibition de la croissance de la population de *Ceriodaphnia dubia*

Ne faisant pas partie de la batterie minimale, l'essai *Ceriodaphnia* était optionnel.

Seuls les quatre laboratoires français ont réalisé l'essai *Ceriodaphnia*. Les résultats obtenus (CE50) sont les suivants :

Résultats des laboratoires français pour l'essai C. dubia

<i>Ceriodaphnia</i>: EC50 INC + SOI + WOO			
Lab Code	INC	SOI	WOO
38	4.6	-	-
61	2.4	>90.0	0.05
63	6.0	>90.0	0.10
64	6.1	>90.0	0.09
Mean	4.8	>90.0	0.08
Factor min - max	2.5	?	2.0

All EC50 values in % of eluate

Umwelt
Bundes-
Amt

La moyenne des résultats fournis par les laboratoires français pour les essais d'inhibition de reproduction de *Ceriodaphnia dubia* par le déchet WOO est de 0,08% [0,05% - 0,1%]. Elle est de 4,8% [2,4% - 6,1%] pour le déchet INC. Aucun des laboratoires n'a détecté de toxicité pour le déchet SOI.

De tels résultats nous semblent très satisfaisants car la variabilité interlaboratoires apparaît très faible.

Ils permettent de plus de confirmer la robustesse de cet essai sur des lixiviats de déchets. Lors de la validation de la norme expérimentale, les essais interlaboratoires avaient en effet été réalisés sur une substance, et non sur des matrices complexes.

4.2.11 Bilans des essais circulaires : Bilan pour la batterie minimale

Lors du séminaire de présentation des résultats de l'essai circulaire, la répétabilité de chacun des essais a été assimilée à l'intervalle de confiance autour de la moyenne des résultats acceptés (voir les tableaux de résultats ci-dessus). Le bien-fondé de cette démarche, qui ne nous semble pas acceptable, n'a pas été réellement discuté. Lors d'un aparté hors séance Mme Moser et M. Van der Sloot ont toutefois reconnu que cette option était discutable.

Il aurait de plus été intéressant de réaliser des essais de répétabilité pour chacun des essais, comme cela était initialement prévu. Seule la lourdeur de l'organisation, et la limitation par la quantité de déchets disponibles ont conduit les organisateurs à y renoncer.

- **Evaluation de la reproductibilité interlaboratoires des essais de la batterie minimale**

Reproducibility of aquatic tests			
Minimum-maximum factor of EC values (all data)			
Test system	INC	SOI	WOO
Algae test	55	?	135
<i>D. subspicatus</i>	15	?	4
<i>P. subcapitata</i>	55	?	135
Daphnia test	10	?	31
Bacteria test	8	2	114
(Freeze)	8	2	20
(Liquid/Fresh)	?	?	11

Independently from tests or substrates <2 data sets were outside the warning limits.

Les analyses statistiques présentées ci-dessous ont été réalisées sans définir préalablement les critères d'acceptation des résultats d'essais.

Les variabilités les plus importantes sont obtenues avec les essais pour lesquels plusieurs variantes étaient possibles (algues microplaques ou flacons, bactéries souches

lyophilisées ou fraîches). Il serait indispensable de traiter les jeux de données séparément.

Reproducibility of soil tests			
Min.-max. factor of LC/EC values (all data)			
Test system	INC	SOI	WOO
Plant tests			
<i>A. sativa</i>	24	?	9
<i>B. napus</i>	6	3	11
Earthworm test	2	?	5

Independently from the tests or substrates <2 data sets were outside the warning limits

Pour les essais terrestres de la batterie minimale, les écarts entre les valeurs minimales et maximales sont relativement faibles compte tenu des variantes possibles dans les protocoles.

- Evaluation de la sensibilité relative des essais de la batterie minimale**

Sensitivity of aquatic tests			
Test system	INC EC50	SOI EC50	WOO EC50
Algae test	5.4	> 50	0.6
<i>D. subspicatus</i>	8.3	> 50	1.2
<i>P. subcapitata</i>	3.8	> 50	0.3
Daphnia test	2.7	> 100	0.4
Bacteria test	35.9	64.0	2.5
(Freeze)	31.1	67.3	0.7
(Liquid/Fresh)	n.d.	n.d.	6.1

L'essai daphnie (24h) apparaît comme le plus sensible des essais de la batterie minimale. Cette observation semble liée à la spécificité des déchets analysés. Habituellement, les essais chroniques (algues par exemple), sont plus sensibles que l'essai daphnie.

Sensitivity of soil tests			
Test system	INC LC/EC50	SOI LC/EC50	WOO LC/EC50
Plant tests			
<i>A. sativa</i>	29.2	> 100	11.6
<i>B. napus</i>	25.5	62.2	2.8
Earthworm test	46.5	> 100	18.8

Les essais végétaux (ici, seule la germination en 5-6 jours a été prise en compte) et vers de terre ont des sensibilités du même ordre de grandeur, le vers de terre apparaissant ici un peu moins sensible que les végétaux.

Il aurait été intéressant de disposer des résultats des essais sur la croissance des végétaux, parfois sensiblement différents des essais sur la germination.

- **Evaluation de la faisabilité relative des essais de la batterie minimale**

Methodological test comparison A		
Test system	Practicability (Costs, duration etc.)	Standardization (Intl. guideline?)
Algae test	High	Yes
Daphnia tests	High	Yes
Bacteria test	High	Yes
Plant tests	Low (2 species, 3 weeks)	Yes
Earthworm tests	Medium (2 weeks)	Yes

Les essais ont été appréciés en regard de quelques critères (standardisation, faisabilité technique).

Les conclusions ont été les suivantes ;

- tous les essais de la batterie minimale sont standardisés (normes disponibles),
- les essais aquatiques sont facilement réalisables alors que les essais terrestres sont plus lourds à réaliser (quantités de déchets à mettre en œuvre, durées importantes).

Methodological test comparison B		
Test system	Validation criteria	Reference subst.
Algae test	Yes, but range(s) too narrow	→ P.P. parat. K ₂
Daphnia tests	Okay	Okay: PDC h ₂ CO ₂
Bacteria test	Too many? Relevance?	Too many? ↳ only one
Plant tests	Okay	None so far. Boric acid? ↳ chloracetamide pb with human to
Earthworm tests	Okay	Okay: not CA but boric acid?

Les critères de validation des résultats des essais ainsi que la nature des substances de référence (points normalisés) ont été passés en revue. Des remises en cause ont été suggérées pour certains des essais :

- ✓ essai algues : les intervalles de sensibilité à la substance de référence sont jugés trop étroits
- ✓ essai Microtox[®] : les substances de référence sont jugées trop nombreuses (3 substances) et pas forcément pertinentes
- ✓ essais végétaux : actuellement, la norme n'impose pas de substance de référence, l'acide borique est suggéré
- ✓ essai vers de terre : il est suggéré de remplacer la chloracétamide (du fait de sa toxicité pour l'homme) par de l'acide borique

Il ne nous semble pas approprié de faire évoluer les limites des valeurs de CE50 acceptables pour la substance de référence de l'essai algues car la variabilité des résultats obtenus semble liée à des mises en œuvre de l'essai non conformes au protocole (SOP) par certains laboratoires et à la coexistence d'options trop nombreuses pour un seul essai.

Par ailleurs, l'utilisation du bichromate de potassium comme substance de référence pour la plupart des essais aquatiques alors que cette substance est reconnue cancérigène (cat. 2), mutagène (cat. 2) et toxique pour la reproduction (cat. 2) nous semble contestable.

Les résultats des essais de la batterie minimale ont été passés en revue du point de vue de leur reproductibilité et de leurs sensibilités relatives.

Methodological test comparison C		
Test system	Reproducibility (warning-limits / min-max factor)	Sensitivity
Algae test (two species)	Good	Medium
Daphnia tests	Good	High
Bacteria test (diff. strains)	Good	Low – high
Plant tests	Good	High
Earthworm tests	Good	Low

L'essai daphnie et l'essai d'inhibition de la germination des végétaux sont les deux essais les plus sensibles. Pour l'essai Microtox, cela dépend du type de souche utilisée et du type de déchet.

L'appréciation "bonne reproductibilité" pour la totalité des essais semble surprenante au regard de la dispersion parfois observée. Il est entendu que la variabilité des résultats sera atténuée lorsque que les critères de rejet des essais auront été définis.

Recommendations	
Selection of test systems:	
Aquatic tests:	Algae, Daphnia, and bacteria tests
Terrestrial tests:	Earthworm, and plant tests
However:	
▶	Open issues have to be clarified
▶	Test modifications have to be included in standards
▶	More experience with different waste types is necessary
▶	Further research has to be performed, e.g.
-	search for an alternative to the earthworm acute test
-	simplification of existing methods (microplate?)
-	inclusion of genotox tests in the standard battery

La batterie minimale initiale est validée (*D. magna*, Microtox[®], algues, vers de terre aigu, végétaux), sous réserve que certaines options soient tranchées. Il est envisagé de faire modifier les textes de référence (normes européennes) pour intégrer les conclusions de l'essai circulaire.

Lors du workshop, il est précisé que :

- ✓ l'application de la batterie d'essais sur une plus grande variété de déchets est nécessaire,
- ✓ des alternatives à l'essai vers de terre aigu doivent être recherchées (ex : collemboles, acariens - organismes utilisés par l'Allemagne),
- ✓ des simplifications techniques des méthodes existantes doivent être recherchées

4.2.12 Bilan des essais circulaires : Bilan pour les essais optionnels

Results: Participation			
Test	No. of labs	No. of tests	Unacceptable*
<i>Lemna minor</i> :	14	48	10
<i>P. putida</i> :	4	12	0
<i>B. calyciflorus</i> :	7	21	0
<i>C. dubia</i> :	4	10	0
Umu genotox:	6	21	3

* only tests without raw data or being non-valid

Les nationalités des laboratoires ayant réalisé les essais optionnels sont présentées dans le tableau suivant :

	<i>Lemna minor</i>	<i>P. putida</i>	<i>B. calyciflorus</i>	<i>C. dubia</i>	Umu-génotoxicité
Allemagne	9	3	-	-	6
Slovaquie	1	-	-	-	-
Suède	1	-	-	-	-
Portugal	1	1	-	-	-
Autriche	1	-	-	-	-
Tchéquie	-	1	-	-	-
France	-	-	4	4	-
Belgique	-	-	1	-	-

Globalement, mis à part l'essai d'inhibition de la croissance de populations de lentilles d'eau (*Lemna minor*), les essais complémentaires n'ont été réalisés que par un petit nombre de laboratoires (inférieur à 8). Les jeux de données sont donc insuffisants pour effectuer un traitement statistique détaillé.

L'essai d'inhibition de la reproduction de Ceriodaphnia dubia a été réalisé uniquement par les laboratoires français.

P. Pandard signale qu'une norme ISO devrait paraître avant la fin de l'année 2008 (ISO CD 20665), ce qui devrait faciliter sa diffusion aux autres pays européens.

On notera que pour le déchet INC, l'essai daphnie (aigu) a été un peu plus sensible que l'essai Cériodaphnies (chronique), ce qui est exceptionnel. Cet état de fait ne favorisera pas la sélection de cet essai dans une batterie minimale européenne.

L'analyse globale qualitative des résultats des essais optionnels est présentée ci-dessous :

Recommendations

Test performance

- ▶ No problems concerning the performance of these tests were reported
- ▶ With exception of the *Lemna* test, the number of data sets was too small to prepare a detailed evaluation

Test assessment

- ▶ Sensitivity partly very high, but no test was consistently more sensitive than others (incl. basic battery)
- ▶ More research and experience needed...
- ▶ Special case waste genotoxicity: Inclusion of umu-test or other genotox tests in basic battery?

Umwelt Bundes Amt

Les essais optionnels ne sont pas estimés apporter d'information supplémentaire à la batterie minimale, y compris en terme de sensibilité. En conclusion, la batterie d'essais réalisée permet nettement de distinguer les niveaux de pollution (faible, moyen, élevé) des matériaux testés.

Lors du workshop, l'ajout d'essais de génotoxicité (ex : Umu) à la batterie standard a été évoqué. Les résultats obtenus pour le test Umu par 6 laboratoires (tous allemands) ont été présentés :

umu: Results INC + SOI + WOO

Highest dilution (%) with an Induction Rate (IR) < 1.5

Example: IR without metabolic activation

Lab Code	INC	SOI	WOO
1	67	67	33
12	67	67	67
16	67	67	67
21	67	67	67
23	67	67	67
33	67	67	33

With exception (cytotox?) of two tests with WOO, no genotoxicity at the highest eluate concentration of 67%

Umwelt Bundes Amt

On notera que les déchets INC et SOI ne montrent aucune génotoxicité.

Le sol contaminé aux HAP SOI (contamination ancienne, potentiellement génotoxique), ne présente pas, lui non plus, de génotoxicité significative.

L'essai Umu ne permet donc pas de faire de différence entre ces trois déchets (pas de mutagenèse observable à la plus forte concentration testée).

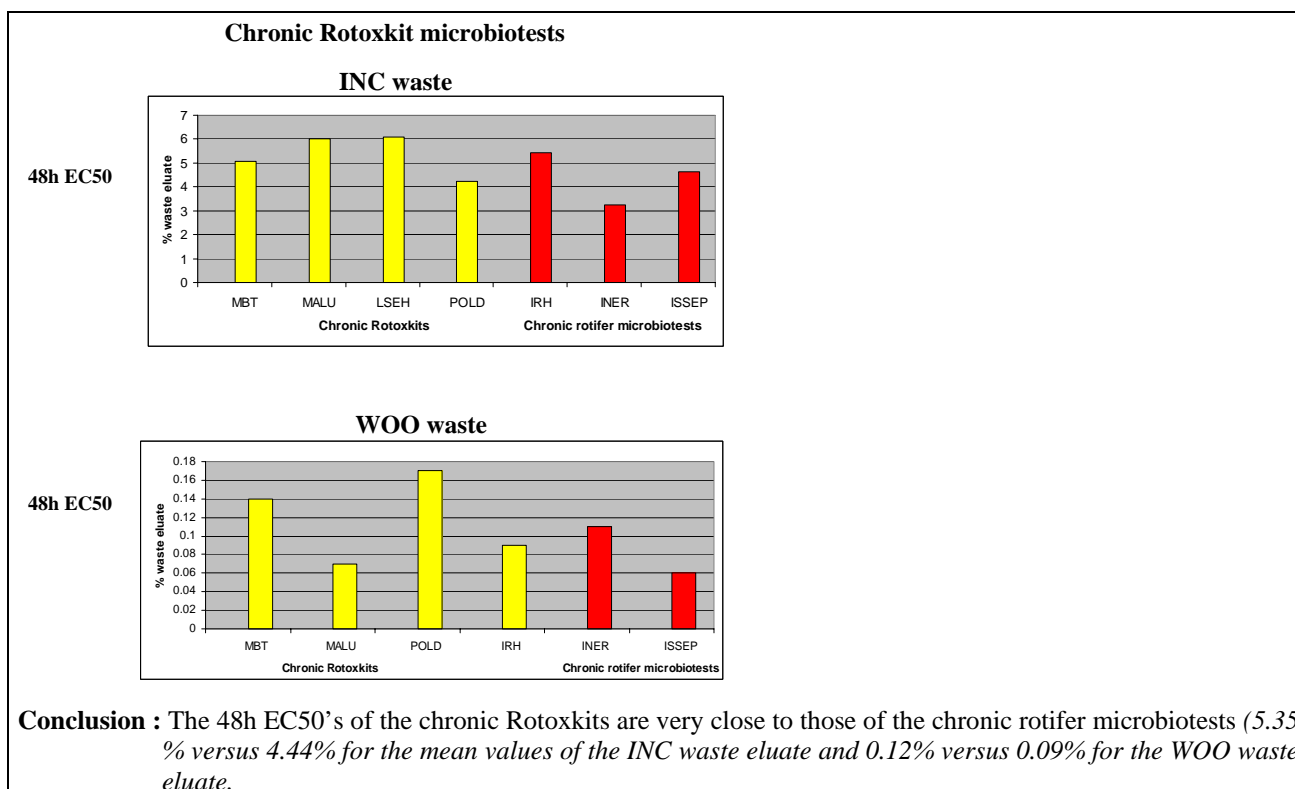
A notre avis, l'essai Umu est loin d'être validé, en particulier pour les matrices complexes telles que les déchets (sensibilité, interférences...), et cette campagne d'essais le souligne à nouveau. Le fait qu'il soit retenu par l'Allemagne pour l'évaluation du critère H14 nous semble inquiétant car cet essai risque alors d'être inclus dans une démarche européenne réglementaire.

A ce jour, il n'existe pas de méthodes d'essais validées pour l'évaluation du caractère mutagène des déchets et autres matrices complexes.

4.2.13 Les essais de répétabilité

L'évaluation de la répétabilité des essais (pris dans leur globalité, de la réalisation du lixiviat au calcul de la CE50) a été jugée trop lourde pour les organisateurs des essais circulaires européens et a été laissée à l'initiative des volontaires.

Un des participants (G. Persoone, Belge, producteur des Toxkits®) a de son côté réalisé une étude de reproductibilité des essais d'inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus*. Les résultats de cette étude sont présentés ci-dessous.



Tous les essais pris en compte ici ont été réalisés avec les souches de rotifères des Rotoxkits®. Les résultats présentés différencient les essais réalisés en suivant le protocole normalisé AFNOR et ceux qui utilisent les consommables et le protocole du Rotoxkit®. Dans les deux cas, et pour les deux déchets présentant une toxicité, la variabilité des résultats est très faible ce qui va dans le sens d'une validation de ces deux options.

Lors de la réunion intermédiaire du 24 avril 2007, les tuteurs industriels de l'étude ont demandé aux laboratoires français de réaliser des essais de répétabilité sur les déchets INC et WOO (SOI n'étant pas assez toxique) pour les essais Daphnie et Microtox (au moins 5 essais pour chaque organisme, sur des éluats différents). Ces essais de répétabilité étaient initialement prévus dans le cahier des charges de l'étude. La répétabilité de l'essai algues a de plus été évaluée par l'INERIS, pour les deux déchets.

Pour ces essais de répétabilité, l'ensemble des étapes ont été prises en compte ; c'est à dire :

- ✓ le prélèvement : homogénéisation du déchet
- ✓ la lixiviation : ratio L/S = 10, avec une prise d'essai minimale de 90 g de déchet
- ✓ la séparation phase liquide/ phase solide, avec filtre nylon ou PTFE
- ✓ les deux essais daphnies et Microtox, mis en route dans les 24h suivant la lixiviation

Les essais daphnies et Microtox ont été réalisés sur 5 lixiviats indépendants. Les résultats obtenus sont présentés dans les deux tableaux qui suivent.

Globalement, quel que soit l'essai, le déchet et le laboratoire, les coefficients de variation vont de 4% à 18%.

Ces résultats montrent que lorsque les conditions expérimentales sont précisément définies (sans permettre de variantes pour des points critiques) et rigoureusement respectées, la variabilité interlaboratoires est faible, et comparable à celle qui est observée pour des analyses chimiques.

Essais de répétabilité des essais Daphnie, algues et Microtox pour les déchets INC et WOO pour 3 laboratoires français

INC	<i>D. magna</i> EC 50 48 h (%)			<i>P. subcapitata</i> ErC 50 72 h (%)			<i>V. fischeri</i> EC 50 30 min (%)		
	IPL/IRH (61)	INERIS (63)	POLDEN (64)	IPL/IRH (61)	INERIS (63)	POLDEN (64)	IPL/IRH (61)	INERIS (63)	POLDEN (64)
Number of tests	5	10	5	-	10	-	5	10	5
Min value	1.74	1.30	1.98	-	1.04	-	22.30	24.92	28.90
Max value	2.68	2.04	2.53	-	2.19	-	24.40	27.93	37.71
Mean value	2.37	1.62	2.32	-	1.37	-	23.44	26.75	34.35
Standard deviation (SD)	0.40	0.29	0.23	-	0.36	-	0.90	0.97	3.63
Coefficient of variation (%)	16.8	17.7	9.8	-	26.3	-	3.8	3.6	10.6
Mean value ± 2SD	[1.57-3.17]	[1.04-2.20]	[1.86-2.78]	-	[0.65-2.09]	-	[21.65-25.23]	[24.81-28.69]	[27.09-41.61]

WOO	<i>D. magna</i> EC 50 48 h (%)			<i>P. subcapitata</i> ErC 50 72 h (%)			<i>V. fischeri</i> EC 50 30 min (%)		
	IPL/IRH (61)	INERIS (63)	POLDEN (64)	IPL/IRH (61)	INERIS (63)	POLDEN (64)	IPL/IRH (61)	INERIS (63)	POLDEN (64)
Number of tests	5	10	5	-	9	-	5	10	5
Min value	0.23	0.10	0.042	-	0.14	-	0.48	0.43	0.64
Max value	0.35	0.14	0.059	-	0.20	-	0.64	0.63	1.02
Mean value	0.29	0.11	0.050	-	0.16	-	0.54	0.53	0.87
Standard deviation (SD)	0.05	0.01	0.0069	-	0.02	-	0.07	0.08	0.16
Coefficient of variation (%)	17.5	10.9	13.8	-	11.3	-	12.4	15.0	18.3
Mean value ± 2SD	[0.19-0.39]	[0.09-0.13]	[0.036-0.064]	-	[0.12 - 0.20]	-	[0.40-0.68]	[0.37-0.69]	[0.55-1.19]

4.3 Réflexions générales autour de l'essai circulaire et de son exploitation ultérieure

Pascal Pandard insiste pour utiliser ces résultats pour la validation de la norme EN 14735 (préparation des déchets en vue de la réalisation d'essais de toxicité). Un important travail de validation des données expérimentales est encore indispensable pour retenir uniquement celles qui ont été obtenues dans des conditions strictement conformes à la norme. Un recueil final de présentation de l'ensemble des résultats et de leur analyse est en cours de rédaction sous la direction d'H. Moser et devrait paraître en janvier 2009. P. Pandard est chargé de la rédaction d'un chapitre sur *D. magna* et C. Bazin de celui sur *Ceriodaphnia dubia*. Ses références sont "*Ecotoxicological characterization of waste - results and experiences from a European ring test*", J.Roembke, R. Becker & H. Moser (editors), Springer.

Le WG7 du CEN/TC284 s'est réuni les 24 et 25 janvier 2008 (en Belgique) pour travailler sur le projet de guide technique sur l'évaluation écotoxicologique des déchets, ainsi que sur le traitement des données de l'essai circulaire. La présentation des résultats de ces travaux est intégrée dans l'objectif 4.

On notera que des travaux français⁷ (document joint en annexe A3-3) ont été cités à plusieurs reprises lors de la réunion. Ils serviront de support à la stratégie finale.

L'Allemagne a par ailleurs prévu d'appliquer la batterie minimale issue des premiers essais interlaboratoires sur une trentaine de déchets (en particulier des entrées miroirs) avec une dizaine de laboratoires, et à partir d'une gamme de dilutions préétablies (a priori 1/2, 1/4 et 1/8).

Le fait même de définir une gamme de dilutions sous-tend le fait que des seuils ont déjà été évoqués mais ils ne sont pas encore officiels, pas plus que la démarche définitive. Mme Moser émet même l'hypothèse que les seuils pourraient être différents pour les différents chapitres du catalogue européen des déchets, ou définis au cas par cas. Elle signale que de nombreuses questions restent en suspens :

- ✓ à quelle fréquence réaliser la batterie de bioessais (une fois pour toutes pour caractériser chaque type de déchet ou par lot de déchet ?)
- ✓ est-ce que l'application de la démarche H14 doit être réservée aux seules entrées miroirs ou est elle applicable à tous les types de déchets ?
- ✓ est-il possible de définir une stratégie de mise en relation des résultats des analyses chimiques et des bioessais ?
- ✓ Est-ce qu'il serait suffisant de conserver un seul essai aigu et un seul essai chronique (l'un avec un organisme aquatique et l'autre avec un organisme terrestre) ?
- ✓ etc.

Il n'a pas été possible d'obtenir de précisions sur la liste des déchets analysés, les laboratoires concernés, la batterie et la gamme de dilutions retenues auprès des organisateurs (pas de réponse d'H. Moser à ces points précis).

⁷ P. Pandard & al, 2006, Selecting a battery of bioassays for ecotoxicological characterization of wastes, Science of the Total Environment 363 (2006) 114–125

Avec un financement significatif, les laboratoires français auraient pu envisager de participer à cette étude particulièrement stratégique pour l'avenir de façon à ce que la position française soit prise en compte lors de la finalisation de la procédure (espèces retenues pour la batterie, choix des substances de référence, démarche générale, stratégie par étapes à suggérer et valider, etc.). Une participation active à cette nouvelle campagne aurait pu permettre d'influer sur le choix des décisions techniques, voir sur la définition de seuils.

D'un point de vue stratégique général (européen) la France pourra difficilement influencer sur les choix stratégiques et sur les priorités allemandes, en particulier pour ce qui touche à l'établissement de seuils réglementaires. Une fois aboutis, l'Allemagne a l'intention de proposer à l'Europe ses travaux et sa réglementation. En l'absence d'autres propositions équivalentes, la probabilité de voir les propositions allemandes reprises par l'Europe sont grandes.

5 Objectif 3 : analyse des exigences réglementaires internationales, européennes et nationales pour l'élaboration de la méthodologie relative à la définition du critère H14

5.1 Rappel des objectifs

On se limitera ici à une présentation synthétique des exigences réglementaires internationales (convention de Bâle), communautaires (textes sur la classification des déchets, nouvelle directive cadre, directive décharge) et nationales pour l'élaboration de la méthodologie relative à la définition du critère H14.

Les approches sont de deux types : pour certains pays (Allemagne, France, Belgique) les démarches soulignent la nécessité d'établir une démarche efficace permettant de statuer sur le critère H14 en utilisant des bioessais. Ces pays produisent des travaux sur le sujet et des données analytiques exploitables. Les autres pays (Royaume Uni, Autriche) appuient leur démarche d'évaluation du critère H14 sur l'évaluation du contenu des déchets en substances associée aux phrases de risques correspondantes. Ils mettent parfois explicitement en doute le bien fondé de l'approche écotoxicologique (Royaume Uni).

Seuls les documents en français et en anglais ont été exploités. Les fiches de lecture qui ont servi à l'élaboration de la synthèse sont jointes en annexe 3, ainsi que les documents originaux lorsqu'ils étaient disponibles en version électronique.

5.2 Synthèse des réglementations européennes et nationales pour l'utilisation du critère H14

A l'heure actuelle, les réglementations nationales en vigueur pour l'application du critère H14 ne sont pas plus précises que le texte de la Directive Européenne établissant le catalogue européen des déchets. On trouve une volonté de définir une

méthodologie appropriée principalement en Allemagne, en France et en Belgique. Les autres pays abordent le critère H14 par le biais du contenu en substances dangereuses et aux phrases de risque.

5.2.1 Situation réglementaire en France

En France, il n'existe officiellement à ce jour ni seuil réglementaire ni méthode prescrite permettant la définition et l'attribution du critère H14. Depuis de nombreuses années, des acteurs officiels et industriels du monde du déchet (ADEME, FNADE...) mettent en œuvre des démarches officieuses reposant sur une évaluation des effets écotoxicologique des déchets (voir § 6.2.1).

Récemment, on peut noter que le MEDAD a pris en compte la démarche d'évaluation écotoxicologique mise en œuvre sur des sédiments marins par POLDEN dans le cadre du programme SEDIMARD (l'étude des sédiments marins en tant que déchets entrée miroir), en considérant que le protocole mis en œuvre est "cohérent" et "porteur" (courrier du MEDAD adressé au Conseil Général du Var par Charles Thiébaud le 18 février 2008). On peut voir, à titre officieux, dans ce courrier le signe d'une possible évolution de la position du MEDAD sur le sujet).

Voir en annexe 3 les documents et fiches de lecture correspondantes :

- ✓ rapport INERIS 2000 (A3-1),
- ✓ article Sciences & Techniques de l'Ingénieur 2004 (A3-2)
- ✓ article Pandard & al 2006 (A3-3)
- ✓ actes du colloque H14 - ISPRA septembre 2005 (A3-4)
- ✓ rapport H14 "MATE 1998" (A3-9)
- ✓ guide technique FNADE 2003 (A3-12)

5.2.2 Situation réglementaire en Allemagne

Bien que certains Landers utilisent des batteries de bioessais pour caractériser l'écotoxicité des déchets (Baden-Wurtemberg), il n'existe pas d'exigences officielles à cette date au niveau national en Allemagne concernant le critère H14. Il existe cependant une volonté affichée d'utiliser les bioessais pour l'évaluer qui se traduit par des travaux et publications de l'UBA (voir § 6.2.2) et l'organisation d'essais circulaires au niveau européen puis d'essais complémentaires).

Les travaux en cours tendent à préconiser une batterie restreinte de bioessais et la réalisation de gammes préétablies correspondant à des niveaux de toxicité (valeurs limites), sans rechercher de CE50. Des discussions sont en cours au niveau des régions allemandes pour valider cette démarche et l'harmoniser au niveau national. En passant d'un niveau technique à un niveau politique, le sujet est devenu sensible, et son avancement prend du retard par rapport au calendrier initial. Des lignes directrices étaient attendues en version anglaise début 2008, mais la version allemande n'est encore pas disponible.

On notera malgré tout une volonté clairement affirmée de valoriser la démarche allemande (une fois qu'elle sera officiellement établie) pour influencer l'évolution de la réglementation européenne.

Voir en annexe 3 les documents et fiches de lecture correspondantes :

- ✓ guide technique allemand pour le Catalogue européen des déchets (A3-7),
- ✓ Ecotoxicological characterization of waste – Method development for determining the „ecotoxicological (H14)“ risk criterion - 2004 (A3-8)

5.2.3 Situation réglementaire en Belgique

Il n'existe pas d'exigences officiellement établies en Belgique à cette date concernant l'évaluation du critère H14.

Voir en annexe 3 le document et fiche de lecture correspondante :

- ✓ guide technique belge pour le Catalogue européen des déchets (A3-6),

5.2.4 Situation réglementaire en Finlande

Le texte analysé date de 1999 et est en anglais. Il détaille les déchets qui sont susceptibles de présenter des problèmes. Certains procédés industriels sont schématisés pour mettre en évidence les différents types de déchets générés. L'accent est mis sur la nomenclature des différents déchets, mais l'approche H14 n'est pas envisagée dans ce document. Ce constat est confirmé par l'expert consulté lors de l'enquête.

Voir en annexe 3 le document et fiche de lecture correspondante :

- ✓ Catalogue européen des déchets, guide technique Finlandais (A3-14),

5.2.5 Situation réglementaire aux Pays-Bas

L'approche du critère H14 est basée sur l'évaluation du contenu du déchet en substances dangereuses. Suit à des échanges avec les représentants des laboratoires aux réunions liées aux essais circulaires et aux réunions du CEN TC292 WG7, on ne note aucune volonté d'utiliser les bioessais, voire même une certaine hostilité à leur égard.

Un des textes qui nous ont été communiqués est en hollandais et n'a pas été exploité.

Voir en annexe 3 les documents et fiches de lecture correspondantes :

- ✓ Catalogue européen des déchets, guide technique Pays-Bas (A3-15)
- ✓ Guide technique H14 sédiments marins (A3-16)

5.2.6 Situation réglementaire au Royaume Uni

Au Royaume-Uni, l'évaluation du critère H14 est globalement basée sur le contenu en substances dangereuses. Des lignes directrices pour la classification des déchets existent.

Dans ces lignes directrices, il est précisé que les bioessais peuvent être utilisés lorsque la composition chimique du déchet est inconnue ou que le déchet contient

des substances dont la toxicité n'est pas connue. La démarche (décrite succinctement) consiste à évaluer la toxicité d'un éluat sans dilution avec un essai d'inhibition de la mobilité de *D. magna* en 48h et de la croissance algale en 72h. Si les inhibitions observées sont supérieures à 50%, le déchet sera qualifié de toxique. Si le contexte le nécessite, il est laissé à la discrétion des autorités de préconiser des essais avec des organismes terrestres (non décrits).

Voir en annexe 3 le document et fiche de lecture correspondante :

- ✓ Interpretation of the definition and classification of hazardous waste - Royaume Uni (A3-17),

5.2.7 La Convention de Bâle relative au transfert transfrontalier des déchets et évolution

Dans la convention de Bâle, l'appréciation du danger pour l'environnement repose sur les méthodes d'essais définies pour l'étiquetage des substances chimiques (en l'état difficilement applicables aux déchets) ainsi que sur le contenu en substances dangereuses raccordé à des phrases de risque selon les critères de danger, et à des seuils.

Si les critères utilisés pour évaluer le danger des déchets sont approximativement les mêmes dans la Convention de Bâle et dans la Directive européenne sur les déchets, la numérotation diffère. Le critère "H14" de la Directive déchets correspond au critère "H12" de la Convention de Bâle (voir tableau comparatif ci après).

Convention de Bâle - annexe III	
H1	H1 Matières explosives
H2	--
H3	H3 Matières inflammables
H4-1	H4.1 Matières solides inflammables
H4-2	H4.2 Matières spontanément inflammables
H4-3	H4.3 Matières ou déchets qui, au contact de l'eau, émettent des gaz inflammables
H5-1	H5.1 Matières comburantes
H5-2	H5.2 Péroxydes organiques
H6-1	H6.1 Matières toxiques (aigües)
H6-2	H6.2 Matières infectieuses
H7	--
H8	H8 Matières corrosives
H9	--
H10	H10 Matières libérant des gaz toxiques au contact de l'air ou de l'eau
H11	H11 Matières toxiques (effets différés ou chroniques)
H12	H12 Matières écotoxiques
H13	H13 Matières susceptibles après élimination de donner lieu, par quelque moyen que ce soit, à une autre substance, par exemple un produit de lixiviation, qui possède l'une des caractéristiques énumérées ci-dessus

Directive européenne sur les déchets	
H1	Explosif
H2	Comburant
H3-A	Facilement Inflammable
H3-B	Inflammable
H4	Irritant
H5	Nocif
H6	Toxique
H7	Cancérogène
H8	Corrosif
H9	Infectieux
H10	Toxique pour la reproduction
H11	Mutagène
H12	Dégageant un gaz toxique ou très toxique au contact de l'eau, de l'air ou d'un acide
H13	Susceptible de donner naissance à une autre substance possédant une ou des caractéristiques de danger
H14	Écotoxique

Un **document de travail** de la Convention de Bâle (UNEP/CHW/TWG/20/8 du 1^{er} mai 2002 en version anglaise - voir annexe A3-23a) donne, dans son annexe 2, des indications sur l'évaluation de l'écotoxicité des déchets. Cette annexe 2 existe en version française (F.03.III.D.24 de septembre 2003 - voir annexe A3-23-b).

La méthodologie proposée pour évaluer l'écotoxicité d'un déchet vient du Danemark. Une longue introduction analyse la définition du terme "écotoxicité" et des conditions réglementaires qui rendent un déchet écotoxique : son contenu en substances dangereuses en quantités suffisantes, sa toxicité, le niveau de biodégradabilité des substances et leur capacité la bioaccumulation.

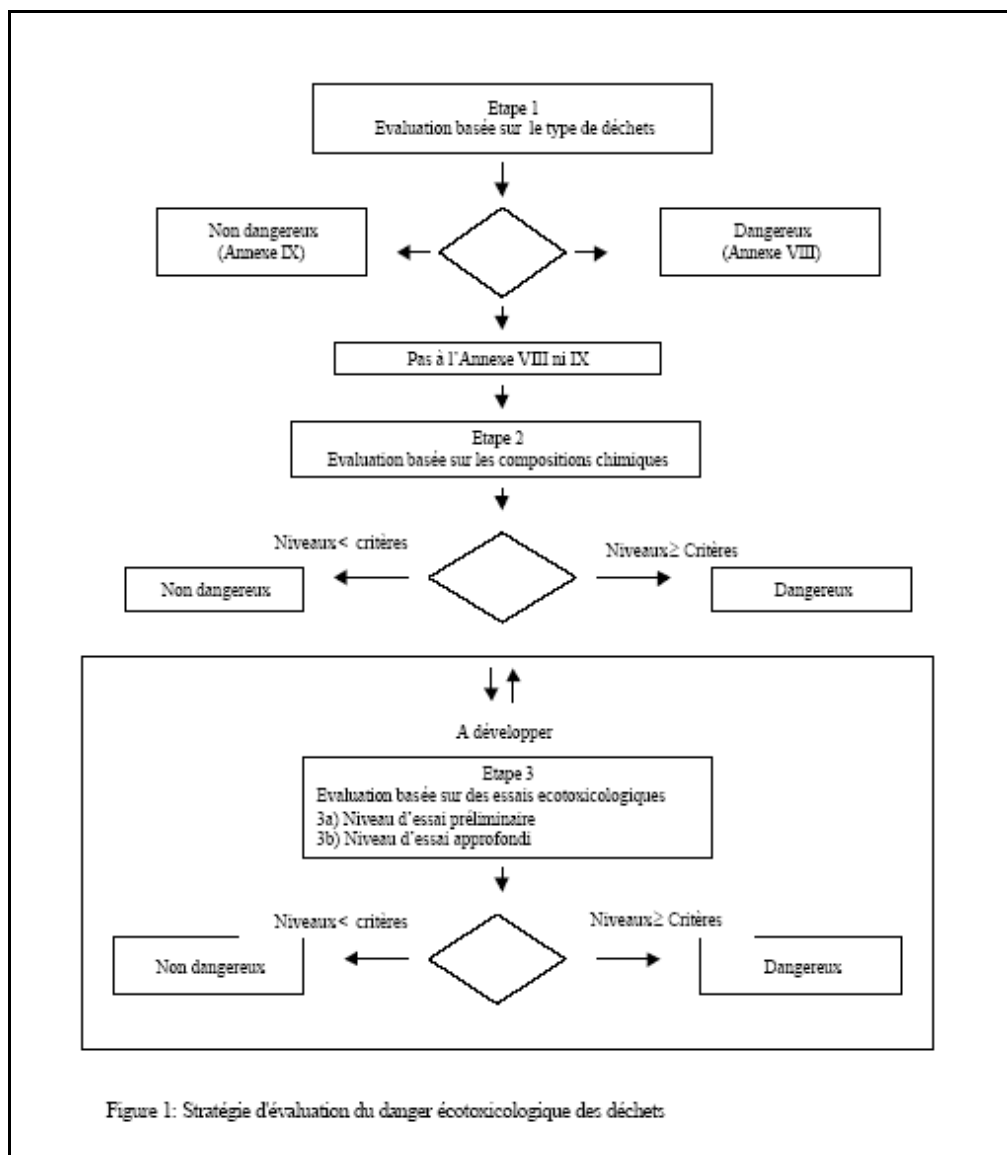
Le texte précise que la démarche est proposée uniquement pour évaluer les types de déchets mais n'est pas envisageable pour des contrôles de routine (démarche jugée trop onéreuse et trop longue pour la routine).

Dans le paragraphe qui fait le point sur les définitions, les déchets sont explicitement assimilés à des préparations de substances. Il positionne précisément d'une part la classification, liée aux propriétés intrinsèques de danger du déchet, et d'autre part l'évaluation des risques qui doit prendre en compte les conditions d'exposition. Le critère H12 de la convention de Bâle porte uniquement sur l'évaluation du danger intrinsèque des déchets.

La stratégie proposée dans ce document de travail est basée sur une démarche en trois étapes :

- ✓ Etape 1 : Evaluation initiale basée sur les listes des déchets dangereux et non dangereux (c'est-à-dire, présence ou non dans les annexes VIII et IX de la Convention de Bâle).
- ✓ Etape 2 : Si le déchet n'est pas dans les annexes VIII et IX de la Convention de Bâle, évaluation basée sur la teneur du déchet en produits chimiques dangereux.
- ✓ Future étape 3 proposée : Si le déchet ne contient pas de substances dangereuses en quantités significatives, évaluation écotoxicologique avec utilisation de méthodes d'essai.

La stratégie est résumée par le schéma suivant :



Il est signalé que l'étape 3 n'est pas incluse dans les critères proposés mais devrait être considérée comme un domaine en progression rapide, qui devrait être envisagé

dans de futures révisions des critères. Dans l'étape 3, des essais écotoxicologiques sont utilisés pour évaluer le danger du déchet. Il est proposé d'appliquer deux niveaux d'essai : un niveau de sélection (screening) et un niveau approfondi. Les méthodologies doivent encore faire l'objet d'un développement et d'une validation plus poussés avant qu'une application à la caractéristique H12 puisse être recommandée.

L'annexe 1 de ce document de travail décrit la démarche proposée et reprend les seuils de toxicité de l'OCDE pour les substances. Ces seuils de toxicité sont associés à la biodégradabilité et à la bioaccumulation potentielle. Elle reprend aussi de l'OCDE l'application de facteurs de correction pour les substances dangereuses en mélange. Pour l'étape 3 (évaluation écotoxicologique à l'aide de bioessais), il est signalé qu'un développement et une validation méthodologiques plus poussés sont nécessaires avant de pouvoir arriver à un consensus international sur l'utilisation de méthodes d'essai écotoxicologiques. **Le texte suggère d'attendre les recommandations des groupes d'experts internationaux du Comité européen de normalisation (CEN) et de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) pour élaborer les critères spécifiques d'évaluation des déchets au moyen de bioessais.**

Le schéma d'évaluation de l'écotoxicité de déchets au moyen d'essais écotoxicologiques devrait donc être considéré comme une proposition, qui doit être élaborée plus avant.

La stratégie proposée envisage d'utiliser des batteries d'essais représentant à la fois l'environnement terrestre et l'environnement aquatique et à la fois les essais sur des extraits aqueux et l'analyse directe du déchet.

Il est proposé d'utiliser deux niveaux d'essai : essai préliminaire de screening et essai approfondi sans qu'il soit pour le moment proposé de méthodes d'essai ni de critères.

Le but de l'essai préliminaire est d'effectuer une évaluation relativement rapide et bon marché de l'écotoxicité du déchet. Si un déchet révèle une toxicité au niveau préliminaire, il révélera très probablement aussi une toxicité au niveau approfondi.

Au niveau approfondi, les extraits et les échantillons solides sont analysés pour voir s'ils présentent une toxicité chronique, en utilisant une batterie d'essais aquatiques et terrestres.

Aucun document plus récent sur le sujet n'a été trouvé sur le site de la Convention de Bâle.

5.2.8 La Directive Européenne des déchets et évolution

Des travaux de révision de la liste européenne des déchets sont actuellement en cours. Ces travaux sont conduits par le bureau d'étude Ökopol (mandaté par la commission européenne) qui a envoyé un questionnaire aux différents états membres (voir annexe A5-3).

Les tuteurs industriels de l'étude connaissent ce travail mais ont très difficilement accès aux rapports de ce groupe. La version électronique du rapport d'Ökopol de février 2008 (reçu par POLDEN via H. Moser) se trouve en annexe A5-4. Ce document met en évidence la faible implication de la France dans ces travaux (seule la FNADE a répondu à l'enquête).

A la demande de RE.CO.R.D., POLDEN pourra transmettre la synthèse de l'enquête européenne qui fait l'objet de l'objectif n°5 (attente de l'avis du CA de RE.CO.R.D. sur ce point).

6 Objectif 4 : bilan des méthodologies disponibles sur le sujet

6.1 Rappel des objectifs

L'établissement d'un réel état de l'art des méthodologies d'écotoxicologie même limité au domaine des déchets ne rentre pas dans le cadre de cette étude.

On se concentrera ici sur le recensement des travaux effectués ou en cours dans le domaine de l'utilisation de l'écotoxicologie en vue de l'attribution du caractère dangereux (à l'exclusion des approches d'impact ou d'analyse des risques) sur le plan national et dans les pays leaders européens.

La réalisation de cet objectif passe par le recueil des documents officiels internationaux et nationaux sur le sujet, puis par l'analyse et la synthèse de ces documents. L'étape de collecte de documents a été clôturée lorsque l'ensemble des réponses à l'enquête auprès des experts internationaux a été considérée comme terminée, c'est-à-dire lorsque les relances successives n'ont plus permis de recevoir de nouvelles informations.

Les principaux documents consultés et les fiches de lecture correspondantes sont en annexe 3.

Un écueil à la synthèse des informations officielles nationales est qu'elles sont rarement disponibles en anglais (ex. réglementation hollandaise, réglementation flamande, textes allemands partiellement traduits...). Seuls les documents disponibles en anglais (ou en français) sont intégrés à la synthèse.

Une exception notable est un recueil de lignes directrices allemandes destinées à l'application du catalogue européen des déchets, disponible en anglais, qui décrit, attribue des seuils à chaque critère de danger et qui, pour chaque entrée miroir, identifie les substances spécifiques à prendre en compte avec les critères de danger concernés. Ce document est joint en annexe A3-8 et détaillé ci-dessous.

6.2 Synthèse des méthodologies nationales disponibles pour l'utilisation du critère H14

Les seules méthodologies réellement décrites en détail sont l'approche allemande, l'approche française et celle du Royaume-Uni. Les méthodologies française et allemande n'étant pas réglementaires, elles évoluent encore au cours du temps.

6.2.1 L'approche française

Globalement, l'approche française actuelle (non officielle et non réglementaire) tend à préconiser la réalisation d'une batterie minimale d'un essai aigu (inhibition de la luminescence de *V. fischeri*) et d'un essai chronique (inhibition de la reproduction de *C. dubia* ou de *B. calyciflorus*) sur un éluat du déchet ainsi qu'un essai aigu sur

végétal (inhibition de la germination et de la croissance de la Laitue). Les seuils proposés sont de 10% pour les essais aigus et de 1% pour l'essai chronique.

Ces propositions reposent sur les travaux animés par le MATE en 1998 (définition d'une démarche par étapes avec proposition de seuils, voir annexe A3-9), puis réalisés par l'INERIS en 2000 (modification du seuil proposé pour la toxicité chronique et définition d'une batterie minimale, voir annexe A3-1), et par l'ADEME en 2006 (optimisation des critères de choix des bioessais pour une batterie minimale, voir annexe A3-3).

On notera que cette démarche, bien que non réglementaire, et donc officielle, est mise en œuvre par différents acteurs du monde des déchets (cf. annexe A3-12 : le guide FNADE ; annexe A3-11 : la note juridique du 19-09-02, et annexe A3-10 : le rapport de l'inspection des installations classées - Modification des prescriptions relatives à la valorisation des cendres d'incinération, 2002).

6.2.2 L'approche allemande

L'approche allemande en est au niveau de la définition de la batterie d'essais à retenir. Après une première campagne d'analyses sur trois déchets industriels qui a donné lieu aux essais circulaires européens, une seconde campagne est en cours (2008-2009) avec un nombre réduit de partenaires et une batterie plus restreinte de bioessais sur une trentaine de déchets.

La particularité de la démarche allemande est d'exprimer les résultats des essais sous la forme de "valeur-G" (G-value) correspondant à la *dilution à laquelle on n'observe pas d'effets toxiques significatifs*. Les seuils à partir desquels les effets sont jugés "significatifs" sont définis pour chaque bioessai (cf. annexe A3-8 : H14 Allemagne et annexe A3-21 : WG7 N51), mais ne sont encore pas définitivement fixés.

Dans ce texte, le seuil de "toxicité significative" est fixé à 20% pour l'inhibition de la luminescence de *V. fischeri* sur les éluats comme pour le test contact, ainsi que pour l'inhibition de la croissance algale et les essais végétaux. Il est fixé à 10% pour l'inhibition de la mobilité de *D. magna*.

La démarche proposée vise à l'évaluation du critère H14 d'une façon économiquement et scientifiquement efficiente. Elle est issue des résultats de batteries d'essais appliquées sur de nombreux déchets.

Les pH jugés trop élevés pour être compatibles avec la vie des organismes ont donné lieu à un ajustement, puis à la filtration du précipité obtenu.

Le texte présente, pour chaque essai, les fourchettes de valeurs de "G" obtenues.

Il propose trois classes de toxicité (toxicité attribuée par la valeur-G la plus élevée obtenue) :

Classe de toxicité	Qualification	Bioessais valeur-G maximale	génétoxicité (Umu-test)
Classe 1	non toxique à modérément toxique	1 - 10	non génotoxique
Classe 2	toxique	>10 - 100	
Classe 3	très toxique	> 100	génotoxique

Dans cette démarche, l'observation d'un effet génotoxique classe le déchet "très toxique" quels que soient les autres résultats.

6.2.3 L'approche du Royaume Uni

Une approche particulière au Royaume Uni consiste, lorsqu'il n'est pas possible de statuer sur la toxicité du déchet à partir de la connaissance de son contenu en substances dangereuses associées à des phrases de risque, à pratiquer deux bioessais sur un extrait aqueux du déchet (l'inhibition de la mobilité de *D. magna* en 48h et de la croissance algale en 72h). Si les inhibitions observées avec l'éluat non dilué (testé à 100%) sont supérieures à 50%, le déchet sera qualifié de toxique.

La possibilité de faire pratiquer des essais sur organismes terrestres (si le contexte le nécessite), ou sur d'autres organismes aquatiques (si les résultats des premiers essais sont trop proches de 50%) est laissée aux autorités qui devront s'entourer d'experts (voir annexe A3-17).

6.2.4 L'approche belge

Des travaux sont en cours pour établir une méthodologie d'évaluation du critère H14 basée sur l'utilisation de bioessais (annexe A3-6).

Un texte en flamand n'a pas été exploité.

6.2.5 Les travaux du CEN TC292 WG7

A l'initiative de l'Allemagne, le groupe de travail WG7 rédige actuellement un projet de lignes directrices pour l'évaluation de l'écotoxicité des déchets. Le texte (CEN / TC 292 / WG 7 N57) s'intitule "Characterization of waste – Guidance on the evaluation of biotests applied to ecotoxicological characterization of waste" (voir annexes A3-18 et A3-20).

Le texte présente deux approches complémentaires, l'une basée sur l'analyse chimique et la comparaison à des seuils, l'autre sur l'utilisation de bioessais permettant l'évaluation de l'écotoxicité des déchets. Il s'appuie sur des travaux français (voir CEN / TC 292 / WG 7 N55 : base écotoxanademe en annexe A3-19).

Ces lignes directrices visent à faciliter le choix et l'utilisation de bioessais pour la caractérisation de l'écotoxicité de déchets, pour l'évaluation de déchets traités, pour la gestion de décharges, pour l'évaluation de boues destinées à la valorisation agricole ou de déchets minéraux valorisés en techniques routières. En fonction du déchet et des objectifs de l'évaluation écotoxicologique, une série de critères permettent de sélectionner une démarche appropriée (méthodologie générale, choix de la batterie, d'un protocole de lixiviation...).

Le texte signale aussi, pour chaque bioessai, les précautions à prendre lorsqu'ils sont appliqués à des déchets.

Ces lignes directrices recommandent une batterie minimale de bioessais. Elles laissent ouverte la possibilité de la compléter par d'autres essais ou d'en remplacer certains par d'autres plus appropriés au déchet ou aux objectifs de l'étude.

La démarche proposée s'appuie sur les résultats expérimentaux des essais circulaires européens de 2006-2007 ainsi que sur les travaux de l'ADEME 2006 pour la définition d'une batterie minimale.

Actuellement, les paragraphes "domaine d'application", "échantillonnage, transport, conservation et préparation des échantillons", sont renseignés.

Le paragraphe traitant des bioessais insiste sur la nécessité de mettre en œuvre une batterie comportant au strict minimum un organisme détritivateur (bactérie), un végétal et un animal. Il fournit les critères de sélection des bioessais. Un tableau présente la pertinence des organismes aquatiques / terrestres pour les différents types de caractérisations (évaluation de déchets traités, suivi des lixiviats de décharges, etc.).

Un paragraphe détaille les paramètres critiques pour le choix des conditions de lixiviation des déchets en fonction des objectifs.

Le paragraphe concernant les démarches méthodologiques en fonction des problématiques est en cours de rédaction. Il a été envoyé aux différents membres du WG7 pour qu'ils y apportent leurs contributions respectives (contributions attendues pour fin avril 2008).

Le planning prévisionnel de ce document est le suivant (voir annexe A3-22, document CEN / TC 292 / WG 7 N85) :

- ✓ Relecture du document par H. Moser & P. Pandard (juillet 2008).
- ✓ Commentaires des différents membres du WG7 sur le draft (avant le 8 septembre 08).
- ✓ Compilation des commentaires et révision du document par H. Moser (22 sept 08).
- ✓ Discussion du document lors de la réunion du WG7 (25 & 26 sept 08).

7 Objectif 5 : consultation d'agences ou organismes coopératifs européens dans le domaine sur le sujet de la caractérisation du critère H14

7.1 Rappel des objectifs

Le délivrable de cet objectif consiste en une synthèse des réponses obtenues à cette enquête.

7.2 Démarche suivie

Une liste d'experts travaillant dans le domaine de la gestion des déchets et susceptibles d'intervenir dans le débat voire dans les travaux de classification ou d'attribution des critères de danger a été établie, à partir :

- des listes des membres du WG6 et du WG7 du CEN/TC292,
- du listing de l'ISCOWA,
- de la liste des participants au Ring Test,
- d'une recherche sur internet des principaux organismes relevant du sujet en Europe,
- le tout validé et complété avec nos propres contacts professionnels.

Cette liste comprend 181 contacts (cf. annexe A4-1) à qui nous avons envoyé le 23 novembre 2006 un courrier électronique (cf. annexe A4-4) expliquant notre démarche et l'enquête elle-même (cf. annexe A4-3). Une relance à été faite par mail le 12 janvier 2007.

12 dossiers d'enquêtes complétés nous sont parvenus, de 9 pays différents ainsi que 4 avis sous une autre forme. La liste détaillée des experts ayant répondu à l'enquête est en annexe A4-2.

Les dossiers d'enquête :

Vit Mateju (République Tchèque)	Jutta Kraus et Frantz Mochty (Autriche)
Jessica Christiansen (Suède)	Ola Vik (Suède)
Heidrun Moser (Allemagne)	Hansjuergen Krist (Allemagne)
Raffaella Pomi (Italie)	Rolf van Zwieten (Pays Bas)
Reinhilde Weltens (Belgique - Flandres)	Margareta Wahlstrom (Finlande)
Enrique Garcia (Espagne)	Stefania Balzamo (Italie)

Autres avis / dossiers :

Alessandra Poletini (Italie)
Petra Scanferla (Italie)
Yves Perrodin
Remy Gourdon

La synthèse des réponses "brutes" pour chacune des questions posées se trouve en annexe A4-5. A la demande de l'Association RECORD, la situation française a été intégrée.

NB : Certains experts tiennent à préciser que leurs réponses reflètent leur point de vue personnel, et en aucun cas une position « officielle ».

7.3 Synthèse des informations obtenues

Les réponses aux questions sont les suivantes⁸ :

1 - Application réglementaire des critères de danger

a) Est-ce qu'il existe dans votre pays (état membre) une réglementation décrivant une méthodologie permettant l'attribution des 14 critères de danger de la Directive 91/689 ?

A cette question, cinq pays répondent par l'affirmative (Allemagne, Autriche, République Tchèque et Espagne) et dans les cinq autres pays, il n'existe pas de texte réglementaire applicable pour l'attribution des 14 critères de danger (Suède, Finlande, Italie, Belgique, France).

b) Dans le cas où il existe une réglementation nationale permettant l'attribution des 14 critères de danger (ou de quelques uns) de la Directive 91/689, quelle sont les références de ces textes ?

Allemagne :

- * German AVV (Abfallverzeichnisverordnung) (*guide technique*)
- * Guidelines on the Application of the Waste Catalogue Ordinance

Suède :

- * Sweden Waste Management Report 2004:07 (national guidance document on classification of hazardous waste)
- * Sweden Waste Management Report 2007:01 (national guidance document on classification of contaminated soil)
- * Regulations (KIFS 2005:5) on EC-harmonised, binding classification and labelling (Classification List).
- * The Classification and Labelling Regulations (KIFS 2005:7).

Autriche :

- * Abfallverzeichnisverordnung BGBl II 2003/570 idgF

Rép. Tchèque :

- * Act 185/2001 (waste), directive 376/2001

Pays-Bas :

- * "Commission Decision 2000/532/EC is transposed in National Legislation"

Espagne (tous les textes reprennent la réglementation européenne sur les déchets) :

- * RD 833/88 (décret royal)
- * RD 952/97 (décret royal)
- * Orden MAM 304/2002
- * Ley 10/98 (loi)

France :

- * Décret du 18 avril 2002 (attribution des critères de danger H3 à H8, H10 et H11)

⁸ Notre analyse concerne uniquement les 10 pays ayant répondu au questionnaire - Pour ne pas alourdir le texte, nos commentaires et indications sont en italique.

c) Cette réglementation est-elle applicable pour le déclassement des déchets dangereux ou pour le classement de déchets considérés non dangereux ?

Pour l'Allemagne, l'Autriche, la République Tchèque, les Pays Bas, et l'Espagne, les textes réglementaires disponibles permettent le classement comme le déclassement des déchets. Cette possibilité existe aussi théoriquement en France, bien qu'en pratique les textes soient insuffisants pour le permettre.

La Suède, bien que ne disposant pas de réglementation spécifique, signale à cette question qu'elle dispose de documents techniques qui lui permettent de répondre à la problématique des déchets dangereux, sans plus de précision.

d) Est-ce que cette réglementation nationale permet d'orienter les déchets "entrées miroirs" en dangereux ou "non dangereux" ?

Les textes réglementaires nationaux permettent à l'Allemagne, l'Autriche, aux Pays Bas, et à l'Espagne d'orienter les déchets "entrées miroirs".

En France, c'est aussi théoriquement possible pour En théorie, pour les critères H3 à H8, H10 et H11 complétés par la Circulaire du 3 octobre 2002.

La Suède répond elle aussi par l'affirmative bien qu'elle ait annoncé qu'elle ne disposait pas de texte réglementaire applicable pour l'attribution des 14 critères de danger (question 1-a).

La République Tchèque, l'Espagne, la Finlande, l'Italie, et la Belgique ne répondent pas à cette question.

e) Pour quels critères disposez-vous de valeurs limites réglementaires ?

	Critères de danger des déchets de la Directive 91/689													
	H1	H2	H3	H4	H5	H6	H7	H8	H9	H10	H11	H12	H13	H14
Allemagne	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Autriche	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Rép. Tch.	X	X	X										X	X
Pays-Bas			X	X	X	X	X	X		X	X			
France			X	X	X	X	X	X		X	X			
Espagne														
Suède														
Finlande														
Italie														
Belgique														

La Suède dispose de valeurs limites pour quelques substances pour les déchets dans les sols bien qu'elle ait répondu par la négative à la question 1-a.

Les Pays-Bas signalent que les valeurs seuils dont ils disposent pour les critères H3 à H8, H10 et H11 sont ceux des Directives 2000/352/EC et 67/548 (relatives aux substances).

L'Espagne dit évaluer le danger des déchets en fonction de leur teneur en substances dangereuses et du danger de ces substances.

On notera que les experts consultés pour l'Allemagne, l'Autriche et la République Tchèque disent disposer de seuils pour le critère H14

2 - H 14

a) Pour le critère H14, pouvez-vous préciser les méthodes recommandées (analyses physico-chimiques, bioessais, autres...?)

Pays	Analyses physico-chimiques	Bioessais	Autres
Finlande	oui	Microtox <i>D. magna</i> Algues	autres bioessais en discussion
Allemagne	oui (sur éluats)	oui (validation en cours)	
Suède	oui (déchet)		essai de biodisponibilité pour les métaux
Italie	non	non	
Belgique Flandre		oui	
Autriche	oui		
Pays-Bas			méthodes de la directive substance (67/548/CE)
Espagne		<i>D. magna</i> ou Microtox sur l'éluat	

On notera que la Suède, Finlande, et la Belgique(Flandre), qui disaient ne pas disposer de textes réglementaires nationaux pour l'attribution des 14 critères de danger de la Directive 91/689 (question 1-a) annoncent ici utiliser des méthodes pour le critère H14.

On notera aussi que la République Tchèque qui dit disposer de valeurs seuils pour le critère H14 (question 1-e) n'a pas répondu à cette question.

On notera que la Finlande qui ne dispose ni de textes réglementaires pour l'attribution des 14 critères de danger (question 1-a), ni de valeurs seuils pour le critère H14 (question 1-e) utilise cependant une batterie de bioessais. La situation est la même en Belgique (Flandre).

b) Si des bioessais sont recommandés pour l'évaluation du critère H14, pouvez-vous en donner une liste ?

Donnez quelques précisions sur leur nature (aigu / chronique...)

Pays	Bioessais	Remarques
Finlande	Microtox D. magna Algues	sur éluat
Allemagne	Daphnie Microtox Algues Génotoxicité (Umu test) Germination & croissance végétaux Mortalité vers de terre Test contact bactéries (<i>A. globiformis</i>)	} sur éluat } sur déchet
Suède	Même batterie que l'Allemagne	Transcription des normes européennes en cours
Belgique - Flandre	Daphnie Microtox Algues Germination & croissance végétaux Mortalité vers de terre Test contact bactéries (<i>A. globiformis</i>)	Si pas de toxicité sur les éluats 1/10, les éluats sont concentrés 100 fois
Rép. Tchèque	Seuls des essais aquatiques sont réglementaires	
Pays-Bas	Méthodes décrites dans la réglementation européenne substances	
Espagne	D. magna Microtox	

L'Allemagne est le pays qui a élaboré la batterie de bioessais la plus large. La Belgique (Flandres), bien que ne disposant pas de textes réglementaires dans ce sens, a mis au point une batterie identique à celle de l'Allemagne, aux essais de génotoxicité près (qui ne sont pas validés).

L'option Belge de concentrer 100 fois les éluats en cas d'absence de toxicité (la méthode de concentration n'est pas précisée) ne nous semble pas pertinente (en dehors de toute réflexion sur la représentativité de cette démarche, la modification de la spéciation des substances présentes dans l'effluent concentré 100 fois est suffisante pour ne pas l'envisager). Toutefois, en l'absence de toxicité d'un éluat au 1/10, il pourrait être justifié de renouveler les essais sur un éluat 1/1.

c) Disposez-vous de valeurs limites pour ces bioessais ?

Pays	Valeurs seuils pour les bioessais	Remarque
Finlande	non	comparaison aux PNEC et/ou LOEC
Allemagne	non, pas encore	
Suède	non	
Italie	non	
Belgique - Flandre	Les valeurs seuils sont établies pour chaque déchet : <ul style="list-style-type: none"> - elles reposent sur les CE50 - les CE50 des éluats sont ramenées au déchet solide - les CE50 sont ensuite exprimées en facteurs de dilution - les valeurs seuils sont fonction d'une exposition prévisible réelle 	
Pays-Bas	Seuils de la réglementation européenne substances dangereuses	

On notera que la Belgique (Flandre) qui ne dispose ni de textes réglementaires pour l'attribution des 14 critères de danger (question 1-a), ni de valeurs seuils pour le critère H14 (question 1-e) dit se référer à des seuils pour les bioessais. *La démarche décrite ressemble plus à une évaluation du risque en scénario qu'à l'évaluation du danger intrinsèque des déchets.*

La position de la Finlande semble difficilement applicable, excepté dans le cas de déchets dont le contenu total est parfaitement connu car elle sous-entend l'utilisation de données publiées sur les substances chimiques (PNEC), or elles n'existent que pour quelques dizaines de substance, et la connaissance précise du contenu total des déchets.

d) S'il n'existe pas de réglementation officielle dans votre pays pour le critère H14, est-ce qu'il existe un groupe de travail sur ce sujet ?

Si oui, pouvez-vous décrire brièvement la nature du projet et ses tendances en ce qui concerne l'évaluation expérimentale des déchets?

Pays	Réglementation en préparation	Précisions
Finlande	non	
Allemagne	oui	Validation d'une batterie de bioessais en cours. La variabilité des résultats des essais circulaires aideront à fixer les seuils. L'objectif est de faire une proposition de méthodologie à l'Europe
Suède	non	Pas de ressources pour élaborer une telle réglementation
Italie	oui	Des lignes directrices harmonisant les batteries de bioessais utilisées pour les différentes matrices de l'environnement sont en cours d'élaboration.
Belgique - Flandre	non	Contribution active aux travaux du CEN TC292 WG7
Autriche	non	
Rép. Tchèque	oui, mais pas officiellement	Démarches à l'initiative d'un centre technique, d'une université et centres de recherche
Pays-Bas	non	
France	oui	L'Association RECORD a mandaté POLDEN en partenariat avec l'INERIS pour participer au programme inter laboratoires allemand en vue de valoriser les acquis français dans ce domaine.

L'Allemagne confirme explicitement sa démarche en cours et son objectif de la valoriser au niveau européen. L'Italie travaille officiellement sur le sujet.

Dans les autres pays ayant répondu à l'enquête, les travaux et propositions en cours ne relèvent pas d'une démarche nationale officielle mais sont plutôt l'initiative du domaine privé (France, Belgique, République Tchèque).

- e) *Si aucun projet n'existe dans votre pays, comment pourriez-vous qualifier la position de vos autorités nationales officielles sur ce sujet :*
- *Plutôt favorables au développement d'une méthodologie "H14" basée sur l'utilisation de bioessais ?*
 - *Indifférentes ?*
 - *Défavorables ? Dans ce cas, pouvez-vous expliquer pourquoi ?*

Pays	Position	Précisions
Finlande	Favorable	A priori, toute proposition sera bienvenue
Suède	Favorable	
Italie	?	La réglementation environnementale est en cours de révision
Belgique - Flandre	Favorable	
Autriche	Défavorable	L'analyse chimique suffit à définir si DD / DND Doutes sur l'interprétation de résultats des bioessais
Pays-Bas⁹	Réservés	Doutes sur l'interprétation des résultats en termes de danger, l'utilisation de la réglementation substances et des protocoles qu'elle comporte semble suffisante. Les phrases de risques définies par la réglementation substances suffisent à définir le danger d'un déchet Semblent favorables à une méthode pour la préparation des déchets.
France	Défavorable	En 1998 la France était en avance dans ce domaine et le Ministère de l'Environnement de l'époque était favorable à une procédure H14 et à des seuils physico-chimiques et écotoxicologiques (projet réglementaire de 1998). Ce n'est plus le cas du Ministère aujourd'hui.

Parmi les pays qui ont répondu à cette question, deux sont ouvertement défavorables à l'utilisation des bioessais pour l'évaluation du critère H14 : l'Autriche qui met en doute la fiabilité des résultats des bioessais par rapport aux analyses physico-chimiques, et la France, dont la position tend à évoluer.

Les Pays-Bas sont réservés mais leur position n'est pas claire et n'a pu être explicitée.

Les pays ouvertement favorables sont la Finlande, la Suède et la Belgique.

⁹ La position de cet expert n'est pas explicite, nous n'avons pas obtenu d'explication complémentaire

f) Quelle est votre opinion personnelle à ce sujet ?

Autriche¹⁰ : Défavorable - voir plus haut.

Pays-Bas : Le critère H14 a peu d'intérêt. Attente de l'harmonisation européenne des réglementations sur les substances.

Suède : L'harmonisation de la classification du danger des substances, préparations et déchets doit être harmonisée (mêmes méthodes, critères et essais). L'élaboration de deux démarches différentes serait néfaste.

Italie : Favorable aux bioessais et aux essais de génotoxicité. Favorable aussi à l'utilisation de bioessais représentatifs de scénarios d'utilisation lorsque le déchet est classé non dangereux. Favorable à l'utilisation des bioessais pour une évaluation des risques.

Belgique - Flandre : Très favorable car les informations des bioessais peuvent être utilisées pour évaluer des risques possibles pour certaines cibles de l'environnement.

France : Une large majorité des déchets susceptibles d'être considéré comme dangereux au regard de la Directive 91/689 l'est vis-à-vis du critère H14. Sans méthode et seuils on ne pourra pas régler le cas des déchets à entrées miroirs qui constituent des enjeux cruciaux en terme de valorisation. Par ailleurs un grand nombre d'acteurs de l'environnement (experts scientifiques, industriels, associations) considèrent que les effets synergiques des polluants à l'état de trace seraient utilement évalués à travers l'approche écotoxicologique en complément des analyse physico-chimiques. Nous sommes donc très en faveur du développement d'une telle méthode en France.

L'expert autrichien est défavorable à l'utilisation des bioessais pour l'évaluation du critère H14, l'expert des Pays-Bas aussi.

Les experts Suédois, italien et belge sont favorables et ouvrent l'utilisation des bioessais à l'évaluation des risques en scénario. L'expert suédois ajoute que les démarches doivent être harmonisées entre les réglementations substances & formulations et déchets. Cette dernière position est tout à fait pertinente si on tient compte du fait que la procédure REACH (prévue initialement pour les substances & formulations) pourrait s'étendre à tous les produits y compris les déchets valorisés.

¹⁰ La position de cet expert n'est pas explicite, nous n'avons pas obtenu d'explication complémentaire

8 Conclusions

8.1 **Conclusion sur les essais interlaboratoires européens**

L'organisation matérielle de l'essai interlaboratoires a débuté en mars 2006, piloté par l'Allemagne. La phase expérimentale s'est déroulée au cours du dernier trimestre 2006 et du premier de 2007. Une cinquantaine de laboratoires a participé à cet essai, trois échantillons de déchets ont été analysés (une cendre d'incinération, une terre contaminée aux HAP et des déchets de bois traité). Une batterie minimale de bioessais a été réalisée par l'ensemble des laboratoires (daphnie, Microtox, algues, et sur éluat - vers de terre 14j, germination et croissance de végétaux sur les déchets solides). D'autres essais optionnels ont été réalisés par les laboratoires intéressés (Cériodaphnia 7j pour la France, Brachionus 48h pour la France et la Belgique - lentilles d'eau, *Pseudomonas putida* et le test Umu essentiellement pour l'Allemagne). Les 4 laboratoires français participants ont réalisé la batterie minimale plus les essais Ceriodaphnia et Brachionus.

Le calendrier prévisionnel des essais interlaboratoires européens était le suivant :

étape	Planning prévisionnel	état
prélèvement des déchets	juillet à septembre 2006	réalisé
préparation des sous échantillons	juillet à septembre 2006	réalisé
rédaction des modes opératoires	juillet 2006	réalisé
workshop de démonstration	21-22 sept. 2006 - à Berlin	réalisé
fin de la phase expérimentale	février 2007	réalisé
rendu des résultats	fin mars 2007	réalisé
traitement statistique	mai - juin 2007	réalisé
workshop de restitution	juin 2007 - à Berlin	réalisé

Nous rappelons que le groupe de travail européen CEN/ TC 292 WG 7, sous la pression des experts allemands, rédige un texte officiel (ligne directrice) décrivant l'application du critère "H14". Les résultats de l'essai circulaire européen serviront de support technique à la rédaction de ce texte dont le calendrier suit celui des réunions CEN (approximativement 2 fois par an) à l'issue du programme.

La présente étude ne comprend pas le suivi des travaux ultérieurs de normalisation de l'application du critère "H14".

Les principales conclusions qui peuvent être tirées des essais interlaboratoires sont les suivantes :

- ✓ Dans l'ensemble, les résultats des bioessais de la batterie minimale montrent une répétabilité satisfaisante, du même ordre de grandeur de ce qui est obtenu pour des analyses physico-chimiques.
- ✓ Les essais pour lesquels la variabilité est la plus grande (algues et Microtox) sont ceux pour lesquels les protocoles retenus laissent le plus de variantes possibles (espèces ou souches différentes par exemple).

- ✓ Les toxicités obtenues avec les deux essais chroniques *Ceriodaphnia* 7j et *Brachionus* 48h sont du même ordre de grandeur quel que soit le déchet. L'essai d'inhibition de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia* en 7 jours fait partie de la batterie appliquée en France (mais pas en Allemagne), sa lourdeur ne plaide pas en sa faveur (essai en flacons avec 5 renouvellements de milieu et alimentation pendant l'essai), et les résultats obtenus permettraient d'envisager d'utiliser de préférence l'essai d'inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* pour une batterie H14 car cet essai est plus rapide et significativement moins lourd que l'essai *Ceriodaphnia* (essai en microplaques sans renouvellement de milieu).
- ✓ Les résultats de l'essai Umu (mise en évidence de la génotoxicité) ne permettent pas de le valider car cet essai ne fait aucune différence entre les trois échantillons de déchets et même le sol contaminé aux HAP ne répond pas significativement. Actuellement, bien que certains laboratoires de recherche travaillent sur le sujet, il n'existe pas de protocole d'essai validé pour la mise en évidence de la génotoxicité de matrice de l'environnement car les interférences et les difficultés techniques sont nombreuses. A notre connaissance, malgré ces résultats défavorables, l'Allemagne n'envisage pas de retirer cet essai de sa batterie (*il lui permet indirectement de répondre au critère H11 - mutagène*).

8.2 Point sur la situation européenne au sujet du critère H14

Au sujet de l'enquête, nous rappelons que, mis à part dans une certaine mesure l'Allemagne, aucun des experts consultés ne représente officiellement son pays. Les positions de chacun reflètent parfois plus des positions personnelles que nationales. C'est en particulier le cas de l'expert autrichien, ouvertement opposé à l'utilisation des bioessais lors des séances de travail du CEN TC 292 WG7, qui a répondu dans ce sens au questionnaire. L'expert Belge quant à lui traduit une position favorable bien que les travaux préalables réalisés en Belgique soient issus d'une équipe motivée, sans soutien officiel.

Les réponses obtenues au questionnaire de l'enquête que nous avons réalisée soulignent que les pays européens n'ont pas de texte réglementaire nationaux pour l'évaluation du critère H14 ni de seuils spécifiques pour des données obtenues avec des bioessais. Les seuls seuils annoncés sont en fait les seuils de contenus en substances dangereuses dérivant de la réglementation substances. Seule l'Allemagne a la volonté affichée d'utiliser une batterie de bioessais et une démarche officielle de validation de son protocole (de la préparation des échantillons à la réalisation des essais).

L'utilisation des bioessais pour l'évaluation du critère H14 ne fait pas l'unanimité, mais les pays qui y sont favorables pensent étendre leur utilisation à des démarches d'évaluation du risque en scénarios ou dans le cadre de la procédure REACH. La principale critique des pays réticents (Autriche et Pays-Bas) porte sur la fiabilité des résultats des bioessais. La répétabilité obtenue pour les essais avec près de 50 laboratoires de pays différents et 3 déchets différents montrent que ces craintes sont infondées et que les résultats des bioessais sont aussi "fiables" que ceux de dosages physico-chimiques.

8.3 Conclusion générale et recommandations

Une consultation au niveau européen sur la révision de la liste européenne des déchets, conduite par l'organisme Ökopol en 2008 a montré que plusieurs états membres désiraient utiliser les bioessais pour l'évaluation des déchets, ou les utilisaient déjà (voir annexe A5-4). Cette consultation a aussi souligné le besoin de seuils. Les bioessais pourraient donc permettre la mise en place d'un outil harmonisé.

Actuellement, Ökopol a la mission contractuelle de faire des propositions sur la mise en œuvre d'une démarche intégrant les bioessais. Cela pourrait être une opportunité pour transmettre les positions françaises (méthodologie, batterie d'organismes, seuils) de façon à ne pas laisser les seules propositions allemandes servir de bases à la réglementation européenne.

Cette étude a mis en évidence une réelle pression de l'Allemagne afin de valider une procédure qui permette d'utiliser des bioessais pour la classification des déchets. On sait par ailleurs que l'Allemagne a aussi introduit l'usage des bioessais dans l'évaluation des produits de construction¹¹ et développé un nouvel essai de percolation¹². Il semble donc y avoir une offensive importante de ce pays dans le domaine du développement d'outils d'évaluation environnementale en support des réglementations déchets et produits de construction. C'est dans ce but que l'Allemagne a organisé des essais circulaires de grande ampleur au niveau européen avec en ce qui concerne les bio-essais 3 déchets, et qu'elle poursuit la démarche en interne avec une trentaine de déchets industriels et un protocole simplifié associé à des seuils. L'Allemagne a proposé un nouveau texte réglementaire national auquel tous les Landers ont participé. A notre connaissance, ce texte est toujours en discussion et n'est pas encore disponible en anglais.

Dans l'éventualité où ce texte allemand contiendrait la batterie d'essai annoncée, et en particulier le test Umu, avec des seuils associés, il y a de grandes probabilités pour qu'il soit difficile de le remettre en cause lorsque l'Allemagne le présentera au niveau européen. Nous recommandons donc à l'association RE.CO.R.D. de solliciter le MEEDDAT pour qu'il réactive le groupe de travail entre les états membres créé à l'issue des premiers travaux de l'Association RECORD sur H14 afin d'arriver à une position consensuelle commune sur le sujet en amont des travaux de la Commission. Les experts français en écotoxicologie qui ont contribué à cette étude (Pascal Pandard de l'INERIS et Christine Bazin de POLDEN-INSVALOR) pourraient participer au soutien de la proposition française le cas échéant.

¹¹ DIBt-Guideline Soil and Groundwater Protection

¹² DIN 19528

