

PRÉFECTURE DU HAUT-RHIN

Direction des
Collectivités Locales et
de l'Environnement

Bureau des Installations
Classées

SLAG

ARRETE

n° **010010** du **8 JAN. 2001** portant
prescriptions complémentaires à la Société WRIGLEY à BIESHEIM pour
l'exploitation de sa station d'épuration interne et l'épandage des boues en
agriculture

LE PREFET DU HAUT-RHIN
Chevalier de la Légion d'Honneur

- VU le Titre 1^{er} du Livre V du Code de l'Environnement ;
- VU le décret n° 77-1133 du 21 septembre 1977 pris pour l'application de la loi susvisée et notamment ses articles 18 et 20 ;
- VU l'arrêté ministériel du 2 février 1998, modifié par l'arrêté du 17 août 1998, relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation et notamment ses articles 36 à 42 ;
- VU l'arrêté préfectoral interdépartemental du 26 septembre 1997 instituant un programme d'actions dans les zones désignées comme vulnérables à la pollution des eaux par les nitrates d'origine agricole ;
- VU l'arrêté préfectoral n° 46816 du 29 juin 1976 autorisant la société WRIGLEY à exploiter une unité de fabrication de pâte à mâcher ;
- VU l'arrêté préfectoral n° 950692 du 27 avril 1995 autorisant la société WRIGLEY à exploiter un entrepôt de stockage et notamment son article 4.4.2 demandant la mise en place d'un traitement autonome de ses effluents ;
- VU le dossier technique de juillet 2000 relatif à l'épandage des boues en agriculture établi par la société SEDE pour le compte de l'exploitant ;
- VU l'avis de la Mission Recyclage Agricole du Haut-Rhin du 12 juillet 2000 ;
- VU le rapport de la Direction Régionale de l'Industrie, de la Recherche et de l'Environnement chargée de l'inspection des installations classées du 20 octobre 2000 ;

VU l'avis du Conseil Départemental d'Hygiène du 7 décembre 2000 ;

CONSIDERANT qu'il y a lieu pour la protection des intérêts mentionnés à l'article 1^{er} de la loi du 19 juillet 1976 susvisée d'imposer des prescriptions complémentaires à la société WRIGLEY et compte tenu de la faible quantité de boues épandues ;

SUR proposition du Secrétaire Général de la Préfecture du Haut-Rhin ;

ARRETE

Article 1. :

Les prescriptions complémentaires ci-dessous sont imposées à la société WRIGLEY située : Zone Industrielle – BP 29 – 68600 BIESHEIM.

Article 2. – SURVEILLANCE DES REJETS DE LA STATION D'EPURATION INTERNE :

L'ensemble des effluents industriels et domestiques devront être traités par la station d'épuration interne. Tout rejet dans le milieu naturel de ces eaux, sans traitement, est interdit.

Le rejet dans le milieu naturel (Le Rhin) doit satisfaire aux dispositions suivantes :

- Débit : Moyen mensuel : 144 m³/j
 Maximal journalier : 200 m³/j
 Maximal horaire : 60 m³/h
- 5,5 < pH < 9,5
- Température < 30°C
- Couleur < 100 mg Pt/l

Paramètre	Concentration moyenne sur 24 h consécutives en mg/l	Flux sur 24 h consécutives en kg/h	Flux spécifique en kg/t
DCO	125	1,5	3
DBO ₅	30	0,5	1,5
MEST	35	0,5	0,2
Azote global	30	0,5	0,01

L'exploitant réalise, sur des échantillons représentatifs, les analyses des paramètres suivants aux fréquences indiquées :

Situation du Rejet	Paramètres	Fréquences	Point de Prélèvement
Le Rhin	Débit pH DCO MEST DBO ₅ Azote global	en continu en continu hebdomadaire hebdomadaire mensuel trimestriel	Sortie station d'épuration interne

Les résultats d'analyse seront transmis trimestriellement à l'inspection des installations classées. De plus, l'exploitant fera réaliser annuellement, par un laboratoire indépendant, une analyse des paramètres ci-dessus dont les résultats seront également transmis à l'inspection des installations classées.

Article 3 – EPANDAGE :

Article 3.1 - Généralités :

Seuls les déchets ou effluents ayant un intérêt pour les sols ou pour la nutrition des cultures peuvent être épandus. La nature, les caractéristiques et les quantités de déchets ou d'effluents destinés à l'épandage sont telles que leur manipulation et leur application ne portent pas atteinte, directe ou indirecte, à la santé de l'homme et des animaux, à la qualité et à l'état phytosanitaire des cultures, à la qualité des sols et des milieux aquatiques, et que les nuisances soient réduites au minimum.

L'épandage des déchets ou effluents doit respecter les règles définies par l'arrêté ministériel du 17 août 1998, modifiant l'arrêté ministériel du 2 février 1998 susvisé, et l'arrêté préfectoral interdépartemental du 26 septembre 1997 susvisé instituant un programme d'actions dans les zones désignées comme vulnérables à la pollution des eaux par les nitrates d'origine agricole.

Article 3.2 - Origine des déchets ou effluents à épandre :

Les déchets ou effluents à épandre sont constitués exclusivement des boues provenant de la station d'épuration interne. Aucun autre déchet ou effluent ne pourra être incorporé à celles-ci en vue d'être épandu, exception faite des coproduits liés à une opération de compostage.

Article 3.3 - Quantité maximale épandue chaque année :

La quantité maximale de déchets ou effluents provenant de l'installation et épandue chaque année est de 70 tonnes exprimées en matières sèches, hors chaux.

Article 3.4 – Interdictions d'épandage :

I - Les périodes d'épandage et les quantités épandues sont adaptées de manière :

- à assurer l'apport des éléments utiles aux sols ou aux cultures sans excéder les besoins, compte tenu des apports de toute nature, y compris les engrais, les amendements et les supports de culture ;
- à empêcher la stagnation prolongée sur les sols, le ruissellement en dehors des parcelles d'épandage, une percolation rapide ;
- à empêcher l'accumulation dans le sol de substances susceptibles à long terme de dégrader sa structure ou de présenter un risque éco-toxique ;
- à empêcher le colmatage du sol, notamment par les graisses.

II - L'épandage est interdit :

- pendant les périodes où le sol est pris en masse par le gel ou abondamment enneigé ;
- pendant les périodes de forte pluviosité et pendant les périodes où il existe un risque d'inondation ;

- en dehors des terres régulièrement travaillées et des prairies ou des forêts exploitées ;
- sur les terrains à forte pente, dans des conditions qui entraîneraient leur ruissellement hors du champ d'épandage ;
- à l'aide de dispositifs d'aéro-aspersion qui produisent des brouillards fins lorsque les effluents sont susceptibles de contenir des micro-organismes pathogènes ;
- aux périodes prévues par l'arrêté préfectoral interdépartemental du 26 septembre 1997 susvisé et notamment du 1^{er} novembre au 15 janvier sur les grandes cultures d'automne (ex : blé), du 1^{er} juillet au 1^{er} novembre sur les grandes cultures de printemps (ex : maïs) et toute l'année sur les sols non cultivés.

III - Les parcelles situées dans le Ried sont considérées inaptées à l'épandage. Toute dérogation nécessitera de vérifier au préalable le degré d'hydromorphie et devra recevoir l'accord de la Mission Recyclage Agricole du Haut-Rhin.

IV - Sous réserve des prescriptions fixées en application de l'article L. 20 du code de la santé publique, l'épandage de déchets ou d'effluents respecte les distances et délais minima prévus au tableau de l'annexe VIIb de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 et reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral.

V - Les déchets ou effluents sont enfouis le plus tôt possible, dans un délai maximum de quarante-huit heures, pour réduire les nuisances olfactives et les pertes par volatilisation. Le matériel choisi pour réaliser l'épandage est adapté au type de déchets à épandre.

Article 3.5 – Conformité des épandages à l'étude préalable :

Tout épandage doit être conforme à l'étude préalable figurant dans le dossier technique de juillet 2000 susvisé.

En particulier, tout épandage en dehors du périmètre d'étude préalable défini dans le dossier technique de juillet 2000 susvisé est interdit. Ce périmètre comprend 31 communes du département du Haut-Rhin et est reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral.

Article 3.6 – Caractéristiques des déchets ou effluents et des sols - Dose d'apport :

Les déchets ou effluents ne peuvent être épandus :

- si les teneurs en éléments traces métalliques dans les sols dépassent l'une des valeurs limites figurant au tableau 2 de l'annexe VIIa de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 susvisé et reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral ;
- dès lors que l'une des teneurs en éléments ou composés indésirables contenus dans le déchet ou l'effluent excède les valeurs limites figurant aux tableaux 1a ou 1b de l'annexe VIIa de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 susvisé et reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral ;
- dès lors que le flux, cumulé sur une durée de dix ans, apporté par les déchets ou les effluents sur l'un de ces éléments ou composés excède les valeurs limites figurant aux tableaux 1a ou 1b de l'annexe VIIa de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 susvisé et reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral ;

Les déchets ou effluents ne doivent pas être épandus sur des sols dont le pH avant épandage est inférieur à 6, sauf lorsque les trois conditions suivantes sont simultanément remplies :

- le pH du sol est supérieur à 5,5 ;
- la nature des déchets ou effluents peut contribuer à remonter le pH du sol à une valeur supérieure ou égale à 6 ;
- le flux cumulé maximum des éléments apportés aux sols est inférieur aux valeurs du tableau 3 de l'annexe VIIa de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 susvisé et reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral.

La dose d'apport est limitée à 25 t/ha/an. Cette dose est réduite à 20 t/ha du 1^{er} novembre au 15 janvier de chaque année. La dose d'apport est au plus égale à 3 kilogrammes de matières sèches par mètre carré, sur une période de dix ans, hors apport de terre et de chaux. Pour l'azote, ces apports, toutes origines confondues ne doivent pas dépasser 200 kg/ha/an.

Article 3.7 – Entreposage :

I - L'exploitant dispose, sur son site de production, d'un bâtiment de stockage dimensionné pour faire face aux périodes où l'épandage est soit impossible, soit interdit par l'étude préalable. Le bâtiment de stockage est construit sur un sol en béton étanche. Il est constitué de casiers entourés d'un muret de 1,5 m de hauteur minimum. Ce bâtiment est couvert. Toutes dispositions sont prises pour que le bâtiment de stockage ne soit pas source de gêne ou de nuisances pour le voisinage et n'entraîne pas de pollution des eaux ou des sols par ruissellement ou infiltration. En particulier, les lixiviats sont collectés dans un réservoir muni d'un dispositif de contrôle de niveau. Le déversement dans le milieu naturel des trop-pleins du bâtiment de stockage est interdit.

II - Le dépôt temporaire de déchets, sur les parcelles d'épandage et sans travaux d'aménagement, n'est autorisé que lorsque les conditions suivantes sont simultanément remplies :

- la durée du dépôt est inférieure à quarante-huit heures ;
- toutes les précautions ont été prises pour éviter le ruissellement sur ou en dehors des parcelles d'épandage ou une percolation rapide vers les nappes superficielles ou souterraines ;
- le dépôt temporaire respecte les distances minimales d'isolement définies pour l'épandage par le tableau de l'annexe VIIIb de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral, sauf pour la distance vis-à-vis des habitations ou locaux habités par des tiers qui est toujours égale à 100 mètres. En outre, une distance d'au moins 3 mètres vis-à-vis des routes et fossés doit être respectée ;
- le volume de chaque dépôt temporaire est adapté à la fertilisation raisonnée de la parcelle réceptrice correspondante pour la période d'épandage considérée ;

Article 3.8 – Programme prévisionnel d'épandage :

Un programme prévisionnel annuel d'épandage doit être établi, en accord avec les exploitants agricoles, au plus tard un mois avant le début des opérations concernées. Ce programme comprend :

- la liste des parcelles ou groupes de parcelles concernées par la campagne, ainsi que la caractérisation des systèmes de culture (cultures implantées avant et après l'épandage, période d'inter-culture) sur ces parcelles ;
- une analyse des sols portant sur les paramètres mentionnés à l'annexe VIIIc de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral (caractérisation de la valeur agronomique) ;
- une caractérisation des déchets ou effluents à épandre (analyses, quantités prévisionnelles, rythme de production, valeur agronomique, ...) ;
- les préconisations spécifiques d'utilisation des déchets ou effluents (calendrier et doses d'épandage par unité culturale...);
- l'identification des personnes morales ou physiques intervenant dans la réalisation de l'épandage.

Ce programme prévisionnel est tenu à la disposition de l'inspection des installations classées et sera transmis au Préfet et à la Mission Recyclage Agricole du Haut-Rhin avant le début de la campagne.

Article 3.9 – Cahier d'épandage

Un cahier d'épandage, conservé pendant une durée de dix ans, mis à la disposition de l'inspection des installations classées et de la Mission Recyclage Agricole du Haut-Rhin, doit être tenu à jour. Il comporte les informations suivantes :

- les quantités d'effluents ou de déchets épandus par unité culturale ;
- les dates d'épandage ;
- les parcelles réceptrices avec leurs coordonnées cadastrales et leurs surfaces ;
- les cultures pratiquées ;
- le contexte météorologique lors de chaque épandage ;
- l'ensemble des résultats d'analyses pratiquées sur les sols et sur les déchets ou effluents, avec les dates de prélèvements et de mesures et leur localisation ;
- l'identification des personnes physiques ou morales chargées des opérations d'épandage et des analyses.

Le producteur de déchets ou d'effluents doit pouvoir justifier à tout moment de la localisation des déchets ou des effluents produits (stockage sur site, dépôt temporaire, transport ou épandage) en référence à leur période de production et aux analyses réalisées.

Article 3.10 – Bilan annuel

Un bilan est dressé annuellement. Ce document comprend :

- les parcelles réceptrices ;
- un bilan qualitatif et quantitatif des déchets ou effluents épandus ;
- l'exploitation du cahier d'épandage indiquant les quantités d'éléments fertilisants et d'éléments ou substances indésirables apportées sur chaque unité culturale et les résultats des analyses de sols ;

- les bilans de fumure réalisés sur des parcelles de référence représentatives de chaque type de sols et de systèmes de culture, ainsi que les conseils de fertilisation complémentaire qui en découlent ;
- la remise à jour éventuelle des données réunies lors de l'étude préalable.

Une copie du bilan est adressée au préfet, à la Mission Recyclage Agricole du Haut-Rhin et aux agriculteurs concernés.

Article 3.11 – Analyses des déchets ou effluents et des sols

3.11.1 - Déchets et effluents

Les déchets ou effluents sont analysés, selon la fréquence de caractérisation, lors de la première année d'épandage et lorsque des changements dans les procédés ou les traitements sont susceptibles de modifier leur qualité, en particulier leur intérêt agronomique, leur teneur en éléments traces métalliques, composés organiques et agents pathogènes. Sinon, les déchets ou effluents sont analysés périodiquement selon la fréquence de routine.

Les paramètres analysés et leurs fréquences sont fixés dans le tableau ci-dessous :

PARAMETRES ANALYSES	FREQUENCES	
	Année de caractérisation	Année de routine
Eléments de caractérisation de la valeur agronomique mentionnés en annexe VIIc de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral ;	8 analyses	4 analyses
Eléments traces métalliques mentionnés au tableau 1a de l'annexe VIIa de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 susvisé et reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral ;	4 analyses	2 analyses
Composés traces organiques mentionnés au tableau 1b de l'annexe VIIa de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral ;	2 analyses	1 analyse
Agents pathogènes susceptibles d'être présents et a minima ceux mentionnés au tableau 5c de l'annexe VIId de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral .	2 analyses	1 analyse

Les analyses doivent caractériser les lots de déchets ou effluents à épandre. Les résultats doivent être connus avant épandage. Les résultats de ces analyses seront adressés au préfet et à la Mission Recyclage Agricole du Haut-Rhin.

Les méthodes d'échantillonnage et d'analyse des déchets ou effluents sont conformes aux dispositions de l'annexe VIId de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral.

Le volume des déchets ou effluents épandus est mesuré soit par des compteurs horaires totalisateurs dont seront munies les pompes de refoulement, soit par mesure directe, soit par tout autre procédé équivalent.

3.11.2 - Sols

L'exploitant fera procéder à une expertise pédologique parcellaire systématique, par sondage à la tarière à main, préalablement à tout épandage sur les parcelles retenues. Les fiches décrivant les résultats de ces sondages seront adressées à la Mission Recyclage Agricole du Haut-Rhin.

Outre les analyses prévues au programme prévisionnel, les sols doivent être analysés sur chaque point de référence défini dans l'étude préalable :

- après l'ultime épandage, sur le ou les points de référence, en cas d'exclusion du périmètre d'épandage de la ou des parcelles sur lesquelles ils se situent ;
- au minimum tous les dix ans.

Ces analyses portent sur les éléments et substances figurant au tableau 2 de l'annexe VIIa et à l'annexe VIIc de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 susvisé et reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral.

Les méthodes d'échantillonnage et d'analyse des sols sont conformes aux dispositions de l'annexe VIId de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 susvisé et reproduit en annexe au présent arrêté préfectoral.

Article 3.12 – Conditions de l'épandage

Les opérations d'épandage feront l'objet de contrats :

- entre le producteur de déchets ou d'effluents et le prestataire réalisant l'opération d'épandage ;
- entre le producteur de déchets ou d'effluents et les agriculteurs exploitant les terrains.

Ces contrats définissent les engagements de chacun et la durée.

Article 3.13 - Information

Préalablement à toute opération d'épandage, une information des élus locaux des collectivités concernées et de la Mission Recyclage Agricole du Haut-Rhin est réalisée.

Article 4. – EXECUTION :

Le Secrétaire Général de la Préfecture du Haut-Rhin et le Directeur Régional de l'Industrie de la Recherche et de l'Environnement sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de veiller à l'exécution du présent arrêté.

Fait à COLMAR, le - 8 JAN. 2001

Le Préfet,

Pour le Préfet,
et par délégation,

Le Secrétaire Général p. i.

Signé : Jean-Yves LE HERRER

Pour ampliation
Pour le Préfet
et par délégation
Le Chef de Bureau :



Christian AULEN

Délais et voie de recours (article L.514-6 du titre 1^{er} du Livre V du Code de l'Environnement). La présente décision peut être déférée au Tribunal Administratif, le délai de recours est de deux mois à compter de la notification pour le demandeur ou pour l'exploitant, il est de 4 ans pour les tiers ou les communes intéressées à compter de l'affichage ou de la publication de la présente décision.

ANNEXE VII. a (ART. 38/39/41)

SEUILS EN ELEMENTS-TRACES METALLIQUES ET EN SUBSTANCES ORGANIQUES

Tableau 1 a

teneurs limites en éléments-traces métalliques dans les déchets ou effluents

Eléments-traces métalliques	valeur limite dans les déchets ou effluents (mg/kg MS)	flux cumulé maximum apporté par les déchets ou effluents en 10 ans (g/m ²)
cadmium	20*	0,03**
chrome	1000	1,5
cuivre	1000	1,5
mercure	10	0,015
nickel	200	0,3
plomb	800	1,5
zinc	3000	4,5
chrome + cuivre + nickel + zinc	4000	6

* 15 mg/kg MS à compter du 1er janvier 2001

10 mg/kg MS à compter du 1er janvier 2004

** 0,015 g/m² à compter du 1er janvier 2001

Tableau 1 b

teneurs limites en composés-traces organiques dans les déchets ou effluents

composés-traces	valeur limite dans les déchets ou effluents (mg/kg MS)		flux cumulé maximum apporté par les déchets ou effluents en 10 ans (mg/m ²)	
	cas général	Epandage sur pâturages	cas général	épandage sur pâturages
Total des 7 principaux PCB *	0,8	0,8	1,2	1,2
Fluoranthène	5	4	7,5	6
benzo(b)fluoranthène	2,5	2,5	4	4
benzo(a)pyrène	2	1,5	3	2

* PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180

Tableau 2 : valeurs limites de concentration en éléments-traces métalliques dans les sols

éléments-traces dans les sols	valeur limite en mg/kg MS
cadmium	2
chrome	150
cuivre	100
mercure	1
nickel	50
plomb	100
zinc	300

Tableau 3 : flux cumulé maximum en éléments-traces métalliques apporté par les déchets ou effluents pour les pâturages ou les sols de pH inférieurs à 6

éléments traces métalliques	flux cumulé maximum apporté par les déchets ou effluents sur 10 ans (g/m ²)
cadmium	0,015
chrome	1,2
cuivre	1,2
mercure	0,012
nickel	0,3
plomb	0,9
sélénium*	0,12
zinc	3
chrome + cuivre + nickel + zinc	4

*pour le pâturage uniquement

ANNEXE VII. b (ART. 37) : distances et délais minima de réalisation des épandages

Tableau 4

nature des activités à protéger	distance minimale	domaine d'application
puits, forages, sources, aqueducs transitant des eaux destinées à la consommation humaine en écoulement libre, installations souterraines ou semi-enterrées utilisées pour le stockage des eaux, que ces dernières soient utilisées pour l'alimentation en eau potable ou pour l'arrosage des cultures maraîchères	35 mètres	penne du terrain inférieure à 7%
	100 mètres	penne du terrain supérieure à 7%
cours d'eau et plans d'eau	5 mètres des berges	penne du terrain inférieure à 7%
	35 mètres des berges	1. déchets non fermentescibles enfouies immédiatement après épandage 2. autres cas
	100 mètres des berges 200 mètres des berges	penne du terrain supérieure à 7% 1- déchets solides et stabilisés 2-déchets non solides ou non stabilisés
lieux de baignade	200 mètres	
sites d'aquaculture (piscicultures et zones conchylicoles)	500 mètres	
habitation ou local occupé par des tiers, zones de loisirs et établissements recevant du public	50 mètres	
	100 mètres	en cas de déchets ou d'effluents odorants
	DELAI MINIMUM	
herbages ou cultures fourragères	trois semaines avant la remise à l'herbe des animaux ou de la récolte des cultures fourragères	en cas d'absence de risque lié à la présence d' agents pathogènes
	six semaines avant la remise à l'herbe des animaux ou de la récolte des cultures fourragères	autres cas
terrains affectés à des cultures maraîchères et fruitières à l'exception des cultures d'arbres fruitiers	pas d'épandage pendant la période de végétation	
terrains destinés ou affectés à des cultures maraîchères ou fruitières, en contact direct avec les sols, ou susceptibles d'être consommées à l'état cru.	dix mois avant la récolte, et pendant la récolte elle même	en cas d'absence de risque lié à la présence d' agents pathogènes
	dix-huit mois avant la récolte, et pendant la récolte elle même	autres cas

ANNEXE VII. c (ART. 38/41) éléments de caractérisation de la valeur AGRONOMIQUE des effluents ou DECHETS et des sols

1. Analyses pour la caractérisation de la valeur agronomique des effluents ou déchets
 - matière sèche (en %) ; matière organique (en %) ;
 - pH ;
 - azote global ; azote ammoniacal (en NH_4) ;
 - rapport C/N ;
 - phosphore total (en P_2O_5) ; potassium total (en K_2O) ; calcium total (en CaO) ; magnésium total (en MgO) ;
 - oligo-éléments (B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn). Cu, Zn, et B seront mesurés à la fréquence prévue pour les éléments-traces. Les autres oligo-éléments seront analysés dans le cadre de la caractérisation initiale des déchets ou des effluents.
2. Analyses pour la caractérisation de la valeur agronomique des sols
 - granulométrie, mêmes paramètres que précédemment en remplaçant les éléments concernés par P_2O_5 échangeable, K_2O échangeable, MgO échangeable et CaO échangeable.

**ANNEXE VII. d (ART. 41)
METHODES D'ECHANTILLONNAGE ET D'ANALYSE
1 - Echantillonnage des sols**

Les prélèvements de sol doivent être effectués dans un rayon de 7,50 mètres autour du point de référence repéré par ses coordonnées Lambert, à raison de 16 prélèvements élémentaires pris au hasard dans le cercle ainsi dessiné:

- de préférence en fin de culture et avant le labour précédent la mise en place de la suivante,
- avant un nouvel épandage éventuel de déchets ou d'effluents,
- en observant de toute façon un délai suffisant après un apport de matières fertilisantes pour permettre leur intégration correcte au sol,
- à même époque de l'année que la première analyse et au même point de prélèvement.

Les modalités d'exécution des prélèvements élémentaires et de constitution et conditionnement des échantillons sont conformes à la norme NF X 31 100.

2 - Méthodes de préparation et d'analyse des sols

La préparation des échantillons de sols en vue d'analyse est effectuée selon la norme NF ISO 11464 (décembre 1994). L'extraction des éléments-traces métalliques Cd, Cr, Cu, Ni, Pb et Zn et leur analyse est effectuée selon la norme NF X 31-147 (juillet 1996). Le pH est effectué selon la norme NF ISO 10390 (novembre 1994).

3 - Echantillonnage des effluents et des déchets

Les méthodes d'échantillonnage peuvent être adaptées en fonction des caractéristiques du déchet ou de l'effluent à partir des normes suivantes:

- NF U 44-101: Produits organiques, amendements organiques, supports de culture-échantillonnage ;
- NF U 44-108: Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines, boues liquides, échantillonnage en vue de l'estimation de la teneur moyenne d'un lot ;
- NF U 42-051: Engrais- Théorie de l'échantillonnage et de l'estimation d'un lot ;
- NF U 42-053: Matières fertilisantes, engrais, contrôle de réception d'un grand lot, méthode pratique ;
- NF U 42-080: Engrais, solutions et suspensions ;
- NF U 42-090: Engrais, amendements calciques et magnésiens, produits solides, préparation de l'échantillon pour essai.

La procédure retenue doit donner lieu à un procès-verbal comportant les informations suivantes:

- identification et description du produit à échantillonner (aspect, odeur, état physique) ;
- objet de l'échantillonnage ;
- identification de l'opérateur et des diverses opérations nécessaires ;
- date, heure et lieu de réalisation ;
- mesures prises pour freiner l'évolution de l'échantillon ;
- fréquence des prélèvements dans l'espace et dans le temps ;
- plan des localisations des prises d'échantillons élémentaires (surface et profondeur) avec leurs caractéristiques (poids et volume) ;
- descriptif de la méthode de constitution de l'échantillon représentatif (au moins 2 kg) à partir des prélèvements élémentaires (division, réduction, mélange, homogénéisation) ;

- descriptif des matériels de prélèvement ;
- descriptif des conditionnements des échantillons ;
- conditions d'expédition.

La présentation de ce procès-verbal peut être inspirée de la norme U 42-060 (procès-verbaux d'échantillonnage des fertilisants).

4 - Méthodes de préparation et d'analyse des effluents et des déchets

La préparation des échantillons peut être effectuée selon la norme NF U 44-110 relative aux boues, amendements organiques et supports de culture.

La méthode d'extraction qui n'est pas toujours normalisée, doit être définie par le laboratoire selon les bonnes pratiques de laboratoire.

Les analyses retenues peuvent être choisies parmi les listes ci-dessous, en utilisant dans la mesure du possible des méthodes normalisées pour autant qu'elles soient adaptées à la nature du déchet à analyser. Si des méthodes normalisées existent et ne sont pas employées par le laboratoire d'analyse, la méthode retenue devra faire l'objet d'une justification.

tableau 5 a : méthodes analytiques pour les éléments traces

ELEMENTS	METHODE D'EXTRACTION ET DE PREPARATION	METHODE ANALYTIQUE
éléments-traces métalliques	- extraction à l'eau régale. - séchage au micro-ondes ou à l'étuve.	spectrométrie d'absorption atomique ou spectrométrie d'émission (AES) ou spectrométrie d'émission (ICP) couplée à la spectrométrie de masse ou spectrométrie de fluorescence (pour Hg).

tableau 5 b : méthodes analytiques recommandées pour les micro-polluants organiques

ELEMENTS	METHODE D'EXTRACTION ET DE PREPARATION	METHODE ANALYTIQUE
HAP	- extraction à l'acétone de 5 g MS(1). - séchage par sulfate de sodium. - purification à l'oxyde d'aluminium ou par passage sur résine XAD. - concentration.	chromatographie liquide haute performance, détecteur fluorescence ou chromatographie en phase gazeuse ± spectrométrie de masse.
PCB	- extraction à l'aide d'un mélange acétone/éther de pétrole de 20 g MS(1). - séchage par sulfate de sodium. - purification à l'oxyde d'aluminium ou par passage sur colonne de célite ou gel de bio-beads (2). - concentration.	chromatographie en phase gazeuse, détecteur ECD ou spectrométrie de masse.

(1) Dans le cas d'effluents ou de déchets liquides, centrifugation préalable de 50 à 60 g de déchets ou effluents bruts, extraction du surnageant à l'éther de pétrole et du culot à l'acétone suivie d'une seconde extraction à l'éther de pétrole ; combinaison des deux extraits après lavage à l'eau de l'extrait de culot.

(2) Dans le cas d'échantillons présentant de nombreuses interférences, purification supplémentaire par chromatographie de perméation de gel.

tableau 5 c : méthodes analytiques recommandées pour les agents pathogènes

TYPE D'AGENTS PATHOGENES	METHODOLOGIE D'ANALYSE	ETAPES DE LA METHODE
Salmonella	Dénombrement selon la technique du nombre le plus probable (NPP).	Phase d'enrichissement. Phase de sélection. Phase d'isolement. Phase d'identification présomptive. phase de confirmation : serovars.
Oeufs d'helminthes	Dénombrement et viabilité.	Filtration de la boue. Flottation au ZnSO ₄ Extraction avec technique diphasique - Incubation - Quantification (technique EPA, 1992).
Enterovirus	Dénombrement selon la technique du nombre le plus probable d'unités cytopathogènes (NPPUC).	Extraction-concentration au PEG 6000 - Détection par inoculation sur cultures cellulaires BGM - Quantification selon la technique du NPPUC.

Analyses sur les lixiviats

Elles peuvent être faites après extraction selon la norme NF X 31-210 ou sur colonne lysimétrique et portent sur des polluants sélectionnés en fonction de leur présence dans le déchet, de leur solubilité et de leur toxicité.

Les méthodes d'analyses recommandées appartiennent à la série des NF T 90 puisqu'il s'agit de solutions aqueuses.