

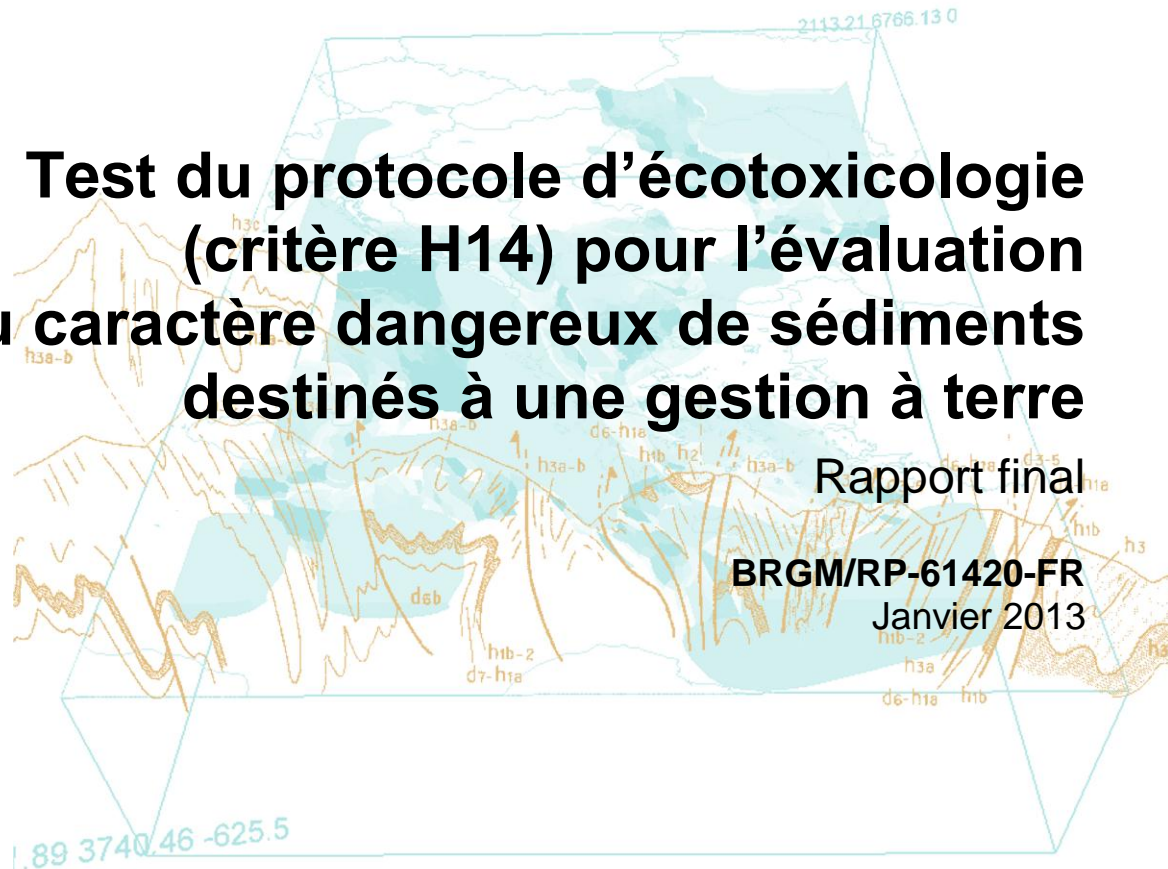


Test du protocole d'écotoxicologie (critère H14) pour l'évaluation du caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre

Rapport final

BRGM/RP-61420-FR

Janvier 2013



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Test du protocole d'écotoxicologie (critère H14) pour l'évaluation du caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre

Rapport final

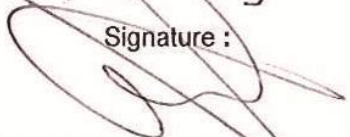
BRGM/RP-61420-FR

Janvier 2013

Étude réalisée dans le cadre des opérations
de Service public du BRGM 2009 10POLC10
correspondant à la convention BRGM-MEEDDM SU 000 7446

C. Mouvet

<p>Vérificateur :</p> <p>Nom : Patrice Piantone</p> <p>Date : 8/01/2013</p> <p>Signature :</p> 

<p>Approbateur :</p> <p>Nom : Stéphane ROY</p> <p>Date : 12/01/13</p> <p>Signature :</p> 

En l'absence de signature, notamment pour les rapports diffusés en version numérique,
l'original signé est disponible aux Archives du BRGM.

Le système de management de la qualité du BRGM est certifié AFAQ ISO 9001:2008.



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Mots-clés : Sédiments, Écotoxicologie, H14.

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

Mouvet C. (2013) – Test du protocole d'écotoxicologie (critère H14) pour l'évaluation du caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre. Rapport final. BRGM/RP-61420-FR, 51 p., 23 fig., 21 tabl., 1 ann.

© BRGM, 2013, ce document ne peut être reproduit en totalité ou en partie sans l'autorisation expresse du BRGM.

Synthèse

Le Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement et de la Mer a mandaté le BRGM, par la convention SU 000 7446 MEEDDM/DGPR, comme coordinateur dans la mise en place et l'évaluation du protocole d'essai d'écotoxicologie (critère H14 ; Mouvet, 2012) destiné à l'évaluation du caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre. L'opérationnalité de ce protocole et les implications qu'aurait son application pour la gestion des sédiments n'étaient à ce jour pas connues.

L'étude repose sur 47 sédiments marins et 27 sédiments continentaux prélevés par les opérateurs habituels de ces sites (ou leurs prestataires) qui ont également assuré l'envoi des échantillons à leur laboratoire habituel pour les analyses physico-chimiques (prises en charge financièrement par les opérateurs) et au laboratoire d'écotoxicologie (tests pris en charge financièrement par le MEEDDM/DGPR et DEB). Ces échantillons ont été choisis, sur base des données physico-chimiques disponibles avant l'étude, pour couvrir essentiellement la palette haute des niveaux de contamination, c'est-à-dire dépassant le seuil S1¹, valeur au-delà de laquelle le protocole H14 est susceptible d'être appliqué pour un sédiment destiné à une gestion à terre (Mouvet, 2012).

Sur les 74 échantillons, 39 > S1 pour au moins un paramètre, et 24 > S1 pour au moins deux paramètres. Des contaminations multiples (cinq ou six dépassements de S1) sont observées pour huit échantillons. Le cas extrême cumule des dépassements très significatifs (entre 3 et 15 fois > S1) pour As, Cd, Cu, Hg, Pb, Zn, PCB et HAP. Les résultats de paramètres tels que les teneurs en argile < 2 µm (de 1 à 33 %), sables fins 50 – 2 000 µm (de 0,1 à 97 %) et carbone organique total (0,3 à 18,9 %) illustrent la diversité des sédiments étudiés. Des échantillons très peu ou non contaminés ont été inclus pour tester l'apparition éventuelle de réponses écotoxicologiques qui entraîneraient un classement en déchet dangereux sans qu'un seul paramètre ne dépasse les seuils S1.

La mise en œuvre du protocole d'écotoxicologie a été réalisée par un laboratoire agréé (Institut Pasteur Maxéville/Eurofins) sélectionné par le biais d'une procédure des marchés publics.

Aucun des 27 sédiments continentaux n'atteint la valeur seuil d'aucun des sept tests d'écotoxicologie ; même avec une hypothétique valeur seuil trois fois plus stricte, aucun sédiment continental étudié ne serait, sur base du critère H14, classé « déchet dangereux » dans une filière de gestion à terre.

Pour les 47 sédiments marins, les quatre réponses écotoxicologiques plus fortes que le seuil d'acceptation en déchet non dangereux concernent des tests sur plantes terrestres. Ces réponses particulières traduisent un effet autre que celui de la salinité du sédiment, mais aucun paramètre physico-chimique analysé n'est clairement associé à cet effet écotoxicologique.

Bien que le jeu de sédiments sélectionnés représente la fourchette haute des niveaux de contamination, seuls 5,4 % des échantillons étudiés seraient classés « déchet dangereux H14 » s'ils étaient gérés à terre. Sur la base de cette étude, la mise en œuvre réglementaire éventuelle du protocole H14 tel que défini par le groupe de travail « dangerosité des

¹ Seuil S1 : seuils de qualité édictés par l'article 1^{er} de l'Arrêté du 9 août 2006. Ils concernent la qualité (huit métaux lourds, HAP et PCB totaux) des sédiments issus de cours d'eau et de canaux de navigation. Ces seuils de qualité influencent le régime réglementaire de l'opération de dragage (autorisation ou déclaration).

sédiments » aurait donc probablement un impact global limité sur les volumes de sédiments susceptibles d'être pris en charge par les filières de gestion à terre de déchets dangereux.

Sommaire

1	Introduction	9
2	Matériel et méthodes	11
2.1.	CHOIX, PRÉLÈVEMENT ET CONDITIONNEMENT DES SÉDIMENTS	11
2.2.	ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES	11
2.3.	TESTS D'ÉCOTOXICITÉ	11
2.3.1.	Préparation des éluats	13
2.3.2.	Tests de toxicité réalisés sur les éluats des sédiments	13
2.3.3.	Tests de toxicité réalisés sur les sédiments centrifugés	14
2.4.	TRAITEMENT DES DONNÉES	15
3.	Résultats et discussion	17
3.1.	ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES	17
3.2.	RÉPÉTABILITÉ DES RÉSULTATS DES TESTS D'ÉCOTOXICOLOGIE	23
3.2.1.	Test microtox	24
3.2.2.	Test <i>Brachionus</i>	24
3.2.3.	Tests avec plantes terrestres	25
3.3.	TEST MICROTOX SUR LES EAUX INTERSTITIELLES	25
3.3.1.	Sédiments marins	25
3.3.2.	Sédiments continentaux	25
3.4.	TESTS SUR ÉLUATS	27
3.4.1.	Sédiments marins	27
3.4.2.	Sédiments continentaux	29
3.5.	TESTS SUR LA MATRICE SOLIDE	31
3.5.1.	Sédiments marins	31
3.5.2.	Sédiments continentaux	35
3.6.	TESTS DE SENSIBILITÉ DES VALEURS SEUILS	36
3.7.	IMPLICATIONS DES RÉSULTATS DE L'ÉTUDE EN RELATION AVEC LES VOLUMES DES GISEMENTS CONCERNÉS	38
3.8.	COMPARAISON ENTRE TESTS	38
4.	Conclusions	43
5.	Remerciements	45
6.	Bibliographie	45

Liste des figures

Figure 1 :	Protocole établi par le groupe de travail « dangerosité des sédiments » du MEEDDM pour la mesure de l'écotoxicité (paramètre H14) des sédiments marins et continentaux destinés à une gestion à terre (1 ^{er} octobre 2009).	12
Figure 2 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en arsenic (seuil S1 = 30 mg/kg).	18
Figure 3 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en cadmium (seuil S1 = 2 mg/kg).	19
Figure 4 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en chrome (seuil S1 = 150 mg/kg).	19
Figure 5 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en cuivre (seuil S1 = 100 mg/kg).	19
Figure 6 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en mercure (seuil S1 = 1 mg/kg).	20
Figure 7 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en nickel (seuil S1 = 50 mg/kg).	20
Figure 8 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en plomb (seuil S1 = 100 mg/kg).	20
Figure 9 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en zinc (seuil S1 = 300 mg/kg).	21
Figure 10 :	Distribution des 36 valeurs de concentrations en tributylétain (pour les sédiments marins, valeur guide N1 = 100 µg/kg, N2 = 400 µg/kg)	21
Figure 11 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en PCBs, somme des sept congénères indicateurs (seuil S1 = 0,680 mg/kg).	21
Figure 12 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en HAP, somme des 16 HAP de la liste EPA (seuil S1 = 22,8 mg/kg).	22
Figure 13 :	Distribution des 63 valeurs de teneurs en argile < 2 µm.	22
Figure 14 :	Distribution des 63 valeurs de teneurs en limons de 2 à 50 µm.	22
Figure 15 :	Distribution des 63 valeurs de teneurs en sable compris de 50 à 2 000 µm.	23
Figure 16 :	Distribution des 71 valeurs de concentrations en carbone organique total.	23
Figure 17 :	Distribution des 57 valeurs de concentrations en aluminium.	23
Figure 18 :	Traitement statistique des résultats d'inhibition de la germination de l'avoine à sept jours (Response 0,5 = CE ₅₀) en fonction du % de sédiment BC (Dose %MS) ajouté au sol ISO témoin.	31
Figure 19 :	Relation entre le pourcentage de sédiment (% de masse sèche) entraînant la CE ₅₀ des tests plantes et la conductivité de l'éluat (obtenu avec un rapport solide/liquide de 1/10, le sédiment ayant été au préalable centrifugé à 8 150 g pendant 30 minutes) pour les 47 échantillons marins.	33
Figure 20 :	Relation entre le pourcentage de sédiment (% de masse sèche) entraînant la CE ₅₀ et la concentration en cuivre pour les échantillons marins montrant la plus forte écotoxicité envers les plantes.	35
Figure 21 :	Comparaison des CE ₅₀ pour les tests de germination de Brassica napus et Avena sativa appliqués aux 47 sédiments marins.	40
Figure 22 :	Comparaison des CE ₅₀ pour les tests de croissance de Brassica napus et Avena sativa appliqués aux 47 sédiments marins.	40
Figure 23 :	Protocole proposé pour la mesure de l'écotoxicité (paramètre H14) des sédiments marins et continentaux destinés à une gestion à terre (1 ^{er} décembre 2012).	44

Liste des tableaux

Tableau 1 :	Données relatives aux éléments dont des résultats ont été fournis comme inférieurs à la limite de détection (LD).....	17
Tableau 2 :	Synthèse statistique des résultats physico-chimiques. †-tributylétain : valeurs seuils pour sédiments marins uniquement : N1 : 100 µg/kg ; N2 : 400 µg/kg (Journal Officiel de la République française, 2010).....	17
Tableau 3 :	Synthèse des dépassements des valeurs seuils S1.....	18
Tableau 4 :	Répétabilité des CE ₅₀ 30 minutes du test microtox réalisé en triplicat sur les eaux interstitielles de deux sédiments continentaux pour lesquels une réponse significative a été observée.....	24
Tableau 5 :	Répétabilité des CE ₅₀ 30 minutes du test microtox réalisé en triplicat sur les éluats des quatre sédiments marins pour lesquels une réponse significative a été observée.....	24
Tableau 6 :	Répétabilité des CE ₂₀ 48 heures du test Brachionus réalisé en triplicat sur l'éluat d'un échantillon pour lequel une réponse significative a été observée.....	24
Tableau 7 :	Comparaison entre les résultats (valeurs moyennes des quatre réplicats et intervalle de confiance à 95 % entre parenthèses) des tests plantes en pots et ceux obtenus avec le système PHYOTOXKIT pour l'échantillon BC présentant la plus forte écotoxicité envers les plantes testées.....	25
Tableau 8 :	Résultats du test microtox sur les eaux interstitielles des sédiments marins. Les valeurs en gras entraînent le classement du sédiment en « déchet dangereux ».....	26
Tableau 9 :	Résultats du test microtox sur les eaux interstitielles des sédiments continentaux.....	27
Tableau 10 :	Résultats des tests sur éluats des sédiments marins.....	28
Tableau 11 :	Concentrations totales en contaminants mesurées dans l'échantillon AU et rappel des valeurs seuils S1.....	29
Tableau 12 :	Résultats des tests sur éluats des sédiments continentaux.....	30
Tableau 13 :	Concentrations totales en contaminants mesurées dans l'échantillon F et rappel des valeurs seuils S1.....	30
Tableau 14 :	Résultats des tests végétaux sur la matrice solide des sédiments marins. Les valeurs en gras entraînent le classement du sédiment en « déchet dangereux ».....	32
Tableau 15 :	Coefficients de corrélation (r) des relations entre l'effet observé sur les tests végétaux avec la matrice solide des sédiments marins et la conductivité des éluats. *** : niveau de significativité : p = 0,001.....	34
Tableau 16 :	Pourcentage d'inhibition des quatre tests plantes en fonction de la conductivité électrique générée dans la matrice solide (sol ISO) par ajout de différents volumes d'eau de mer artificielle.....	34
Tableau 17 :	CE ₅₀ (exprimée en conductivité électrique, µS/cm, après soustraction de la valeur mesurée dans le sol ISO avec seulement de l'eau distillée) de l'eau de mer ajoutée au sol ISO (entre parenthèses : intervalle de confiance à 95 %)......	34
Tableau 18 :	Résultats des tests végétaux sur la matrice solide des sédiments continentaux.....	36
Tableau 19 :	Pourcentages d'échantillons classés dangereux sur base de différentes valeurs seuils pour chacun des tests inclus dans le protocole H14.....	37
Tableau 20 :	Comparaison entre tests des échantillons qui seraient classés « déchets dangereux » suite à l'application du protocole H14.....	39
Tableau 21 :	Échantillons pour lesquels une réponse supérieure à la valeur seuil et inférieure à trois fois la valeur seuil a été observée pour l'un ou l'autre des tests.....	39

Liste des annexes

Annexe 1 : Étude test du protocole H14 MEEDDM/DGPR octobre 2009 appliqué à des sédiments marins et continentaux : note à l'attention des opérateurs	47
---	----

1 Introduction

La dangerosité d'un sédiment, telle que définie par la réglementation sur les déchets, est une des questions majeures qui détermine le mode de gestion des sédiments extraits de leur milieu d'origine et qui a une incidence économique non négligeable. Un sédiment classé « déchet non dangereux » peut éventuellement être valorisé comme matière première secondaire, alors que le classement en « déchet dangereux » rend nécessaire le stockage dans une installation spécifique. L'article R-541-8 du Code de l'Environnement ne permet pas de trancher sur ce caractère de dangerosité, les sédiments relevant d'une entrée miroir (17 05 05* ou 17 05 06). Cette question de dangerosité retient l'attention des opérateurs et des pouvoirs publics, et constitue un frein au dragage de certaines voies navigable et ports.

La législation européenne comporte quinze critères (H1 à H15) pour l'évaluation du caractère dangereux / non-dangereux des déchets (Commission européenne, 2008). Le critère H14 y est ainsi défini : « *Écotoxique* » : *déchets qui présentent ou peuvent présenter des risques immédiats ou différés pour une ou plusieurs composantes de l'environnement.*

Les travaux du groupe de travail « dangerosité des sédiments » mis sur pied par le ministère en charge l'Environnement et de l'Écologie en 2008 ont abouti à un protocole destiné à l'évaluation du critère H14 pour les sédiments marins et continentaux (Mouvet, 2012). Pour tester le caractère opérationnel de ce protocole et percevoir les implications que pourrait avoir sa mise en application réglementaire, une étude spécifique a été menée avec la collaboration bénévole d'un grand nombre d'opérateurs. Les résultats de cette étude sont présentés et discutés ci-après.

Cette étude a été réalisée dans le cadre des opérations de Service public du BRGM 2009 au titre de la fiche 10POLC10 correspondant à la convention BRGM-MEEDDM SU 000 7446.

2 Matériel et méthodes

2.1. CHOIX, PRÉLÈVEMENT ET CONDITIONNEMENT DES SÉDIMENTS

Le ministère a sollicité avec succès la participation bénévole des opérateurs marins, fédérés par GEODE, et des opérateurs continentaux VNF et EDF. Les acteurs du projet SEDIVALD et certains conseils généraux se sont également joints au projet.

Sur base des données physico-chimiques antérieures et en tenant compte de leurs projets de dragage/curage, les opérateurs ont proposé des sites d'étude en donnant la priorité à des gisements dont on savait ou suspectait qu'ils dépasseraient la valeur seuil S1 de l'arrêté du 9 août 2006 (Journal Officiel de la République Française, 2006). Des échantillons *a priori* non ou peu contaminés ont également été pris en compte à titre de « témoins », pour voir si des effets écotoxicologiques se manifestaient pour des teneurs en contaminants < S1. En accord avec tous les participants, la localisation géographique précise des points d'échantillonnage n'est connue que du fournisseur de l'échantillon.

En dehors du volume total nécessaire (50 kg, 30 litres), aucune consigne particulière n'a été donnée pour l'échantillonnage, vu que cet aspect n'était pas un des objectifs de l'étude. Seul le besoin de procéder à la prise d'échantillons au même endroit et au même moment pour les analyses physico-chimiques et les tests écotoxicologiques a été mis en avant.

Par contre, une note rappelant les contextes et principes de l'étude et décrivant les modalités de conditionnement et d'envoi des échantillons au laboratoire prestataire pour l'écotoxicologie a été fournie à chaque opérateur (Annexe 1).

2.2. ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

Les opérateurs prenant en charge financièrement ce volet de l'étude, aucune exigence n'a été émise à ce propos. Une liste de paramètres à analyser a toutefois été fournie : la granulométrie (dont la fraction < 63 µm), les éléments traces métalliques et métalloïdes de l'arrêté de 2006, le tributyl étain pour les sédiments marins, les sept PCBs indicateurs, les seize HAPs de la liste EPA, les teneurs en aluminium et carbone organique total, ainsi que le pH et le Eh.

2.3. TESTS D'ÉCOTOXICITÉ

En application du protocole établi par le groupe de travail « dangerosité des sédiments », une batterie de sept tests a été appliquée à tous les échantillons (fig. 1). Le choix des tests repose sur les paradigmes suivants :

1. priorité aux essais standardisés, largement utilisés, sensibles et robustes ;
2. priorité aux essais sur éluats, tout en incluant des essais sur la matrice solide ;
3. prise en compte d'une série de maillons de la chaîne alimentaire de milieux aquatiques ;
4. classement en « déchet dangereux » dès qu'un des essais biologiques montre une écotoxicité dépassant une valeur seuil (au niveau européen, aucun seuil ne fait l'unanimité) ;
5. les essais les plus lourds et les plus coûteux ne sont prévus qu'à la fin du protocole.

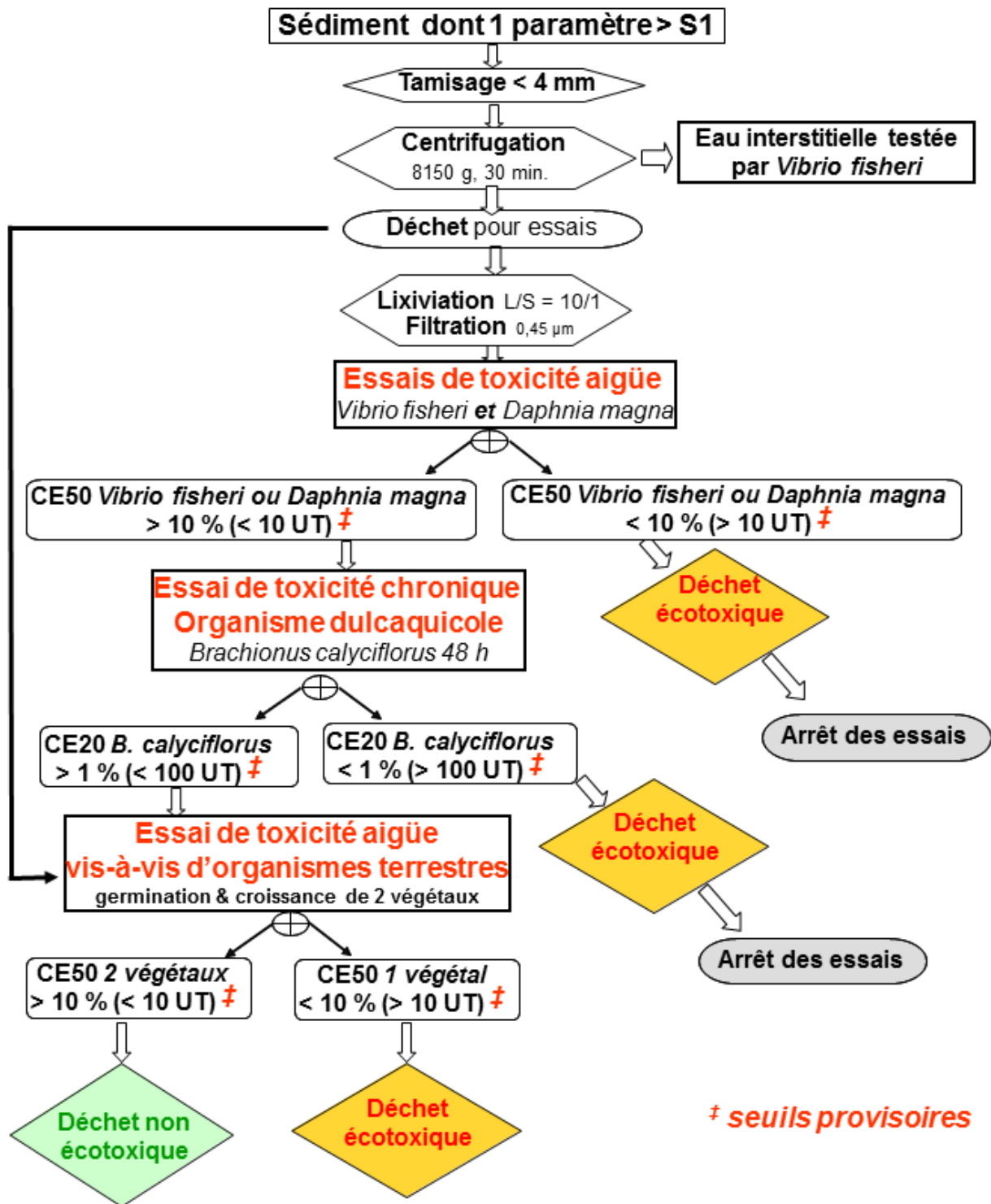


Figure 1 : Protocole établi par le groupe de travail « dangerosité des sédiments » du MEEDDM pour la mesure de l'écotoxicité (paramètre H14) des sédiments marins et continentaux destinés à une gestion à terre (1^{er} octobre 2009).

CE50 ou CE20 = concentration de l'éluat ou de la matrice solide entraînant 50 ou 20 % de l'effet toxique maximal ;
y% = taux de dilution de l'éluat ou de la matrice solide ; UT = unité toxique.

2.3.1. Préparation des éluats

Les éluats ont été obtenus suivant le protocole de lixiviation EN 12457-2 (AFNOR 2002) indice de classement X 30 402-2 :

- rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche ;
- agitation 24 heures, par retournement (5 à 10 tours/min) ;
- séparation par centrifugation 3 000 t/min, 30 min, si nécessaire ;
- filtration de l'éluat à 0,45 µm sur filtre nylon ;
- ajustement du pH à 5,5 ou 8,5 à l'aide de HNO₃ (65 %) ou de NaOH (1N).

2.3.2. Tests de toxicité réalisés sur les éluats des sédiments

Tests de toxicité aiguë : test d'immobilisation sur micro-crustacés (*Daphnia magna*, NF EN ISO 6341, 1996)

Ce test repose sur la détermination de la concentration qui, en 24 heures et/ou 48 heures, immobilise 50 % des daphnies mises en expérimentation. Cette concentration, dite concentration d'immobilisation, est désignée par CE 50i %.

L'essai est conduit en deux étapes :

- un essai préliminaire qui donne une indication approximative de la CE 50i-24 et 48 h et sert à déterminer la gamme des concentrations pour l'essai définitif (deux répétitions par concentration testée) ;
- l'essai définitif est conduit en choisissant une gamme de concentrations (en général en progression géométrique) de façon à recouvrir et à border de part et d'autre l'intervalle des concentrations qui, lors de l'essai préliminaire, fait passer le pourcentage d'immobilisation de 0 à 100 % (quatre répétitions par concentration testée).

Organisme d'essai : élevage de l'US Ecotoxicologie d'IPL SED Est.

Espèce : *Daphnia magna*.

Souche : *Daphnia magna* Straus clone 5.

Origine : EBSE Metz, France.

Substance de référence utilisée à chaque série de tests comprenant au moins un sédiment ayant montré une écotoxicité lors de l'essai préliminaire : K₂Cr₂O₇.

Méthode de calcul de la CE50 : modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).

Tests de toxicité aiguë : Test d'inhibition de la luminescence de bactéries marines (*Vibrio fischeri* ou *Microtox*®, NF EN ISO 11348-3, 2009)

Ce test repose sur la détermination de l'inhibition de la luminescence émise par une bactérie marine *Vibrio fischeri* (anciennement dénommée *Photobacterium phosphoreum*). Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 5, 15 et 30 minutes inhibe

50 % de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par CE 50–t, avec t représentant le temps de contact des bactéries avec l'échantillon.

Nombre de répétition par concentrations testées et témoins : 2.

Organisme d'essai : *Vibrio fischeri* (NRRL B-11177).

Fournisseur de la souche lyophilisée : R-Biopharm.

Substances de référence utilisées à chaque série de tests comprenant au moins un sédiment ayant montré une écotoxicité lors de l'essai préliminaire : ZnSO₄.7H₂O, 3,5-dichlorophénol (C₆H₄OCl₂) et K₂Cr₂O₇.

Méthode de calcul de la CE50 : logiciel Microtox-Omni.

Test de toxicité chronique : détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de *Brachionus calyciflorus* en 48 h - Essai d'inhibition de la croissance de la population (NF ISO 20666, 2009)

De jeunes femelles *Brachionus calyciflorus* (*Monogota*, *Rotifera*), âgées de moins de 2 h au début de l'essai, sont exposées individuellement pendant une période de 48 h à une gamme de concentrations de l'échantillon. En fin d'essai, le nombre de rotifères femelles est déterminé et, par comparaison avec le témoin, les pourcentages d'inhibition de la croissance de la population sont déterminés à chaque concentration.

Nombre de répétition par concentrations testées et témoins : 8.

Organisme d'essai : *Brachionus calyciflorus*.

Fournisseur des sporocystes déshydratés : R-Biopharm.

Substance de référence utilisée à chaque série de tests comprenant au moins un sédiment ayant montré une écotoxicité lors de l'essai préliminaire : CuSO₄.5H₂O.

Méthode de calcul de la CE20 : modèle logistique basé sur l'équation de Hill (macro Regtox_ev6.6.2.xls).

2.3.3. Tests de toxicité réalisés sur les sédiments centrifugés

Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance de semences par une matrice potentiellement polluée (ISO 11269-2, 2006)

Les échantillons de sédiments centrifugés sont dilués avec le milieu ISO (mélange de 70 % de sable de Fontainebleau, 20 % de kaolinite et 10 % de sphaigne). Les différentes graines (une monocotylédone : avoine – *Avena sativa* et une dicotylédone : colza – *Brassica napus*) sont plantées dans les dilutions.

L'essai se déroule en deux étapes (nombre de graines semées par pot : 10) :

- un essai préliminaire de 7 jours qui permet d'étudier l'effet de 5 concentrations, 1, 5, 10, 50 et 100 % d'échantillon dilué (ou non, dans le cas du 100 %) avec le sol ISO (une répétition par concentration testée et pour le témoin) ;

- un essai définitif pour lequel une série de 5 dilutions (p. ex. 70 % - un peu supérieure à la dilution ayant entraîné 100 % d'effet lors du test préliminaire-, 49 %, 35 %, 21 %, 7 % - un peu inférieure à la dilution ayant entraîné 0 % d'effet lors du test préliminaire) est réalisée, avec quatre répétitions par concentration testée et pour le témoin.

L'émergence et la croissance des semences sont suivies quotidiennement lors de l'arrosage.

Après 7 jours, les graines germées sont comptabilisées dans les différentes dilutions pour déterminer l'effet sur la germination, et le nombre de pousses est réduit à cinq.

Après 14 jours minimum et 21 jours au maximum, en tout cas après que 50 % des semis témoins ont émergé, la biomasse de chaque dilution est quantifiée par pesée.

Essai sur substance de référence réalisé tous les six mois ou à chaque changement de lot : acide borique.

Méthode de calcul des CE50 (germination et croissance) : modèle statistique Log-Probit ou par interpolation linéaire (logiciel Toxcalc).

Diamètre des pots : 9,5 cm.

Masse de matrice solide par pot : de l'ordre de 250 grammes.

Type d'environnement : phytotron².

Cycle jour/nuit : 16 heures/8 heures.

Température : 22 °C ± 1 °C (jour) / 18 °C ± 1 °C (nuit).

Humidité relative : 70 %.

Type d'éclairage : tubes fluorescents « lumière du jour ».

Intensité de l'éclairage : environ 7 500 lux.

2.4. TRAITEMENT DES DONNÉES

L'ensemble des données physico-chimiques fournies par les divers opérateurs et les résultats des tests d'écotoxicité ont été rassemblés dans des fichiers Excel, logiciel utilisé pour l'analyse des résultats et la production de figures illustrant par exemple des relations entre variables.

Aucune analyse statistique poussée n'a été effectuée ; les résultats d'écotoxicité obtenus ne justifiaient pas un tel exercice, et l'étude fine des résultats physico-chimiques n'aurait rien apporté dans le cadre de cette étude.

² Un phytotron est une installation de recherche en biologie végétale. Ce sont des pièces (ou armoires) où sont contrôlés les paramètres environnementaux tels que l'humidité, la température et l'éclairage (intensités et cycles).

3. Résultats et discussion

3.1. ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

Le recours à plusieurs laboratoires d'analyses physico-chimiques différents a entraîné des différences dans les limites de détection (LD ; tableau 1). Toutefois, les valeurs basses n'étaient pas l'objet de l'étude ; cette diversité de LD pour un même contaminant n'a donc pas posé de problème.

Contaminant	Nombre d'échantillons < LD	Gamme de LDs (mg/kg)
As	8	1,2 ; 2,6 ; 5
Cd	12	0,1 ; 0,4 ; 0,5 ; 0,8
Cu	3	2 ; 6
Hg	9	0,06 ; 0,1 ; 0,3 ; 0,4
HAP	2	0,2
PCBs	41	9 LD différentes
TBE	10	5 LD différentes

Tableau 1 : Données relatives aux éléments dont des résultats ont été fournis comme inférieurs à la limite de détection (LD).

Les résultats autres que ceux < LD sont présentés de trois manières différentes : un tableau avec les statistiques de base (tab. 2), un tableau mettant en avant les dépassements de S1 (tab. 3), et une série de figures illustrant la distribution de l'ensemble des valeurs de chaque paramètre (fig. 2 à 15). Le nombre variable d'échantillons suivant le paramètre reflète les demandes formulées aux laboratoires d'analyse par les opérateurs. Les données physico-chimiques n'ont pas été obtenues pour trois échantillons ; l'effectif total est donc de 71, et sera de 74 pour l'écotoxicologie.

Paramètre (unité)	Minimum	Maximum	Moyenne	Médiane	Seuil S1
Arsenic (mg/kg)	0,5	137,7	16,5	11,0	30
Cadmium (mg/kg)	0,1	36,3	2,0	0,6	2
Chrome (mg/kg)	2,5	101	43	43	150
Cuivre (mg/kg)	0,5	2 285	152	40	100
Mercure (µg/kg)	0,03	48,4	1,6	0,2	1
Nickel (mg/kg)	2,5	67	22	21	50
Plomb (mg/kg)	6,1	580	99	58	100
Zinc (mg/kg)	23	4 140	416	195	300
Tributylétain (µg/kg)	0,1	10 500	532	40	†-
PCBs (mg/kg)	0,001	6	0,23	0,04	0,680
HAP (mg/kg)	0,1	91	12,3	3,6	22,8
Carbone organique total (%)	0,1	18,9	3,9	3,2	-
Aluminium (g/kg)	1,7	80,8	24,4	19,1	-
Argiles < 2 µm (%)	0,4	32,9	8,8	6,5	-
Limons de 2 à 50 µm (%)	1,6	94,1	62,1	70,8	-
Sables de 50 à 2000 µm (%)	0	97,4	28,8	20,1	-

Tableau 2 : Synthèse statistique des résultats physico-chimiques. †-tributylétain : valeurs seuils pour sédiments marins uniquement : N1 : 100 µg/kg ; N2 : 400 µg/kg (Journal Officiel de la République française, 2010).

Plusieurs faits sont à remarquer :

- Hormis le chrome, les valeurs maximales dépassent toutes le seuil S1. L'effet écotoxicologique éventuel de teneurs élevées en chrome ne pourra donc pas être testé. Par contre, les effets écotoxicologiques de neuf des dix contaminants de l'arrêté de 2006 pourront être étudiés pour des niveaux de contamination > S1.
- Hormis le nickel, la concentration maximale des autres contaminants dépasse nettement le seuil S1, les facteurs de dépassement variant entre 1,3 pour le nickel et 48 pour le mercure. Un certain nombre d'échantillons correspond donc à des sédiments très contaminés.
- Toutes les médianes sont inférieures au seuil S1. Cette distribution des valeurs est due au fait qu'un nombre significatif d'échantillons se sont révélés moins contaminés que ne le faisaient penser les analyses antérieures.
- Les paramètres descriptifs majeurs (granulométrie, carbone organique total et aluminium) illustrent la grande diversité des sédiments étudiés, et ceci d'autant plus que l'étude prend en compte des sédiments marins et continentaux.

Paramètre	n échs > S1	2xS1 < n ≤ 10xS1	n échs > 10xS1
As (S1 = 30 mg/kg)	6	3	0
Cd (S1 = 2 mg/kg)	17	9	1
Cr (S1 = 150 mg/kg)	0	0	0
Cu (S1 = 100 mg/kg)	20	8	2
Hg (S1 = 1 mg/kg)	10	5	2
Ni (S1 = 50 mg/kg)	2	0	0
Pb (S1 = 100 mg/kg)	18	9	0
Zn (S1 = 300 mg/kg)	26	13	1
Σ PCBs indic. (S1 = 0,68 mg/kg)	5	2	0
Σ 16 HAPs (S1 = 22,8 mg/kg)	12	6	0

Tableau 3 : Synthèse des dépassements des valeurs seuils S1.

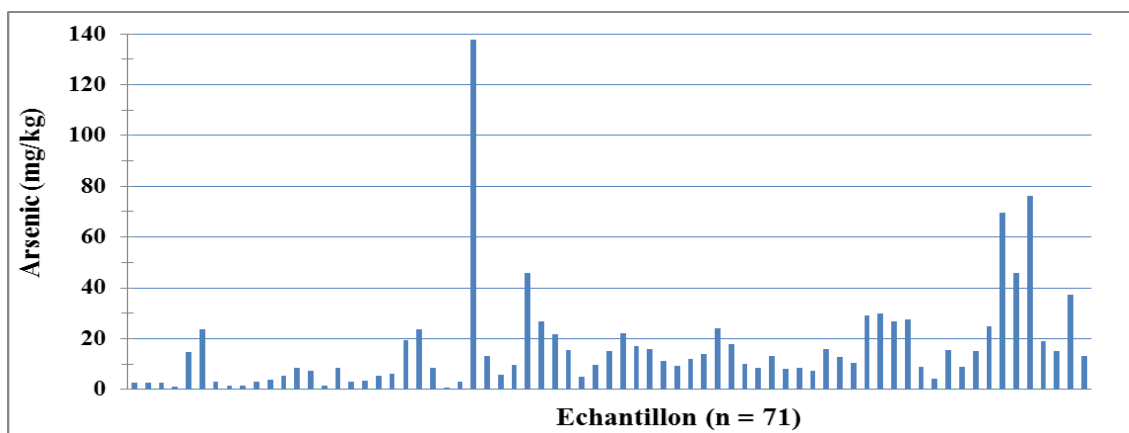


Figure 2 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en arsenic (seuil S1 = 30 mg/kg).

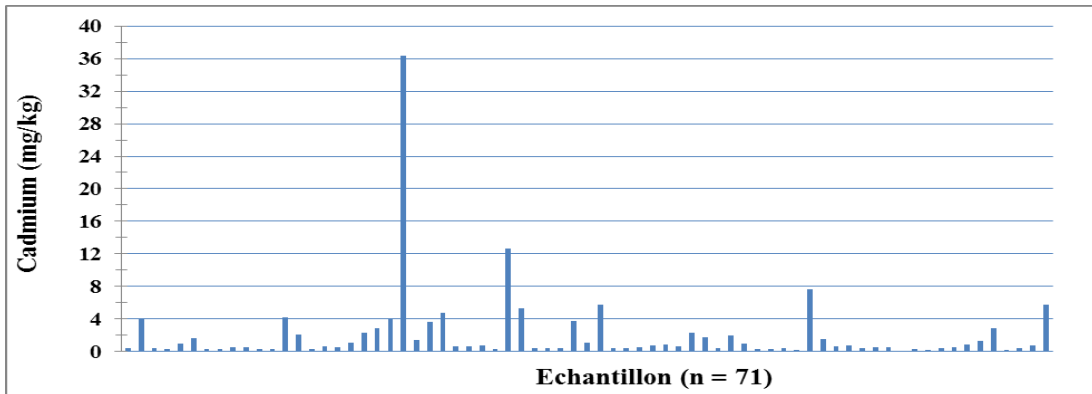


Figure 3 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en cadmium (seuil S1 = 2 mg/kg).

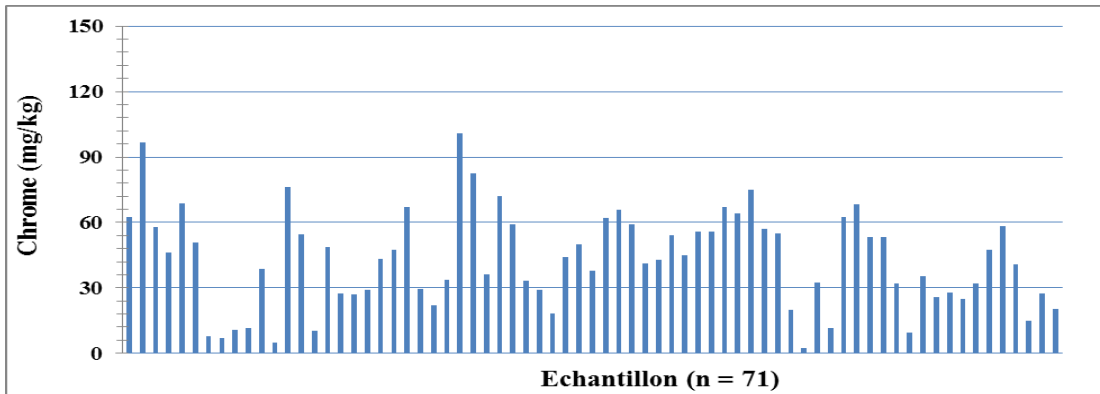


Figure 4 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en chrome (seuil S1 = 150 mg/kg).

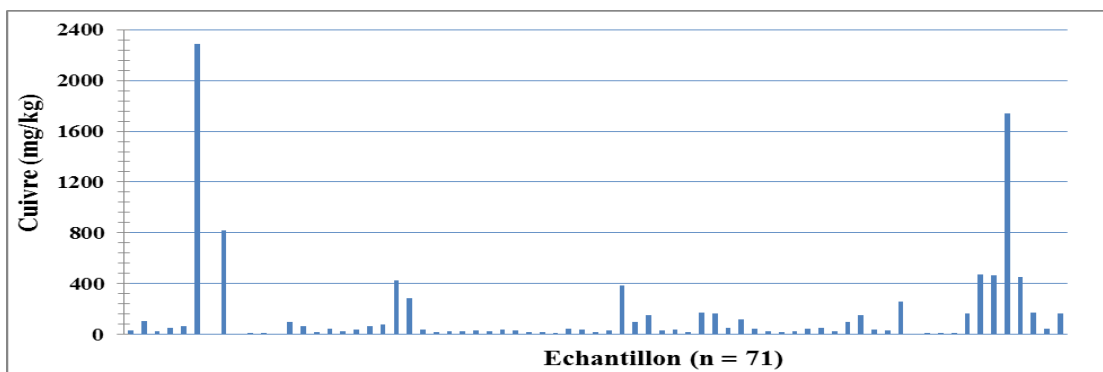


Figure 5 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en cuivre (seuil S1 = 100 mg/kg).

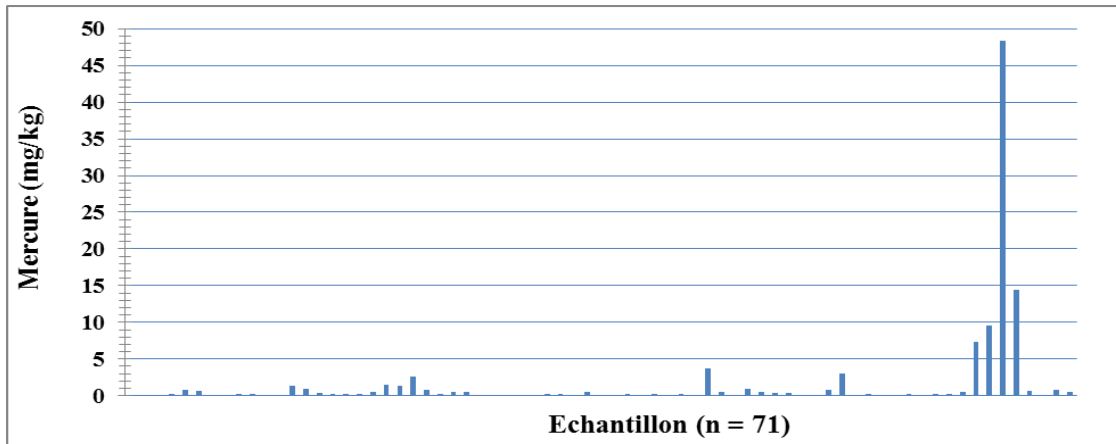


Figure 6 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en mercure (seuil S1 = 1 mg/kg).

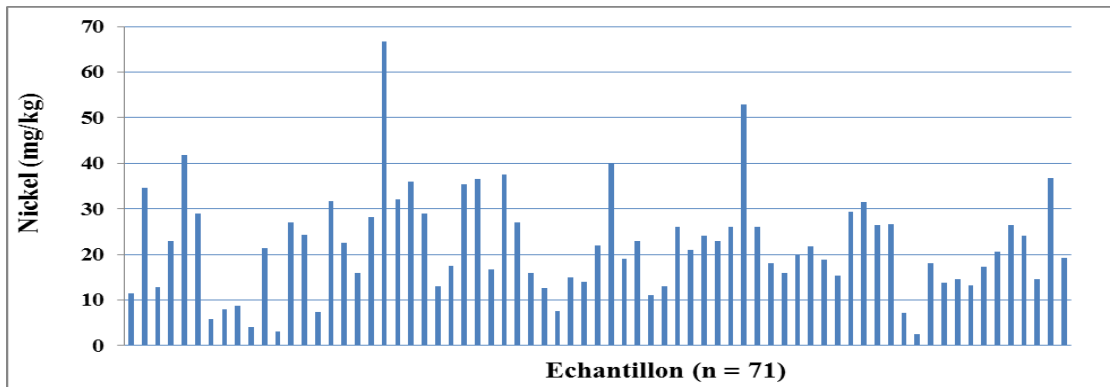


Figure 7 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en nickel (seuil S1 = 50 mg/kg).

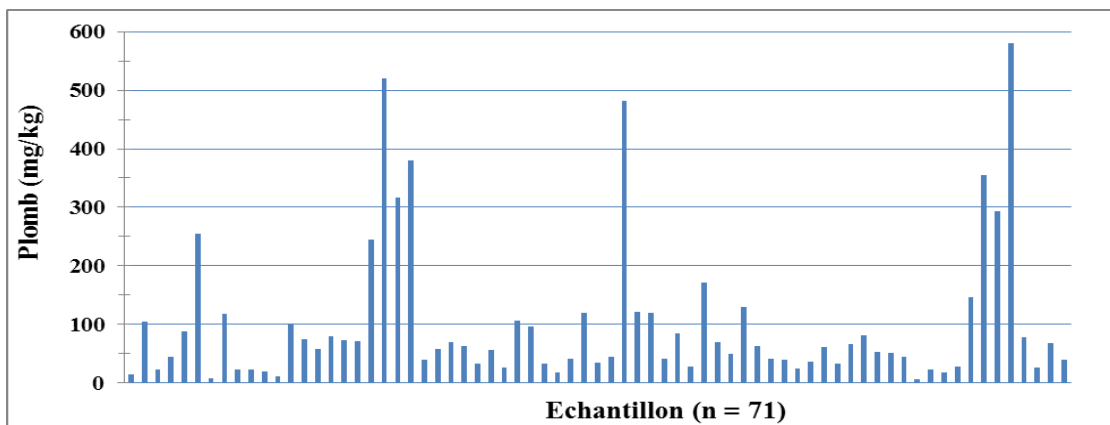


Figure 8 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en plomb (seuil S1 = 100 mg/kg).

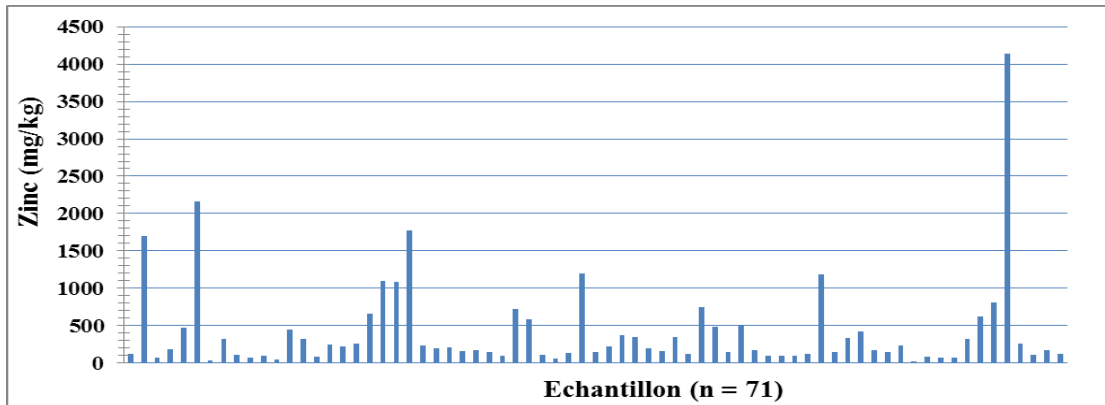


Figure 9 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en zinc (seuil S1 = 300 mg/kg).

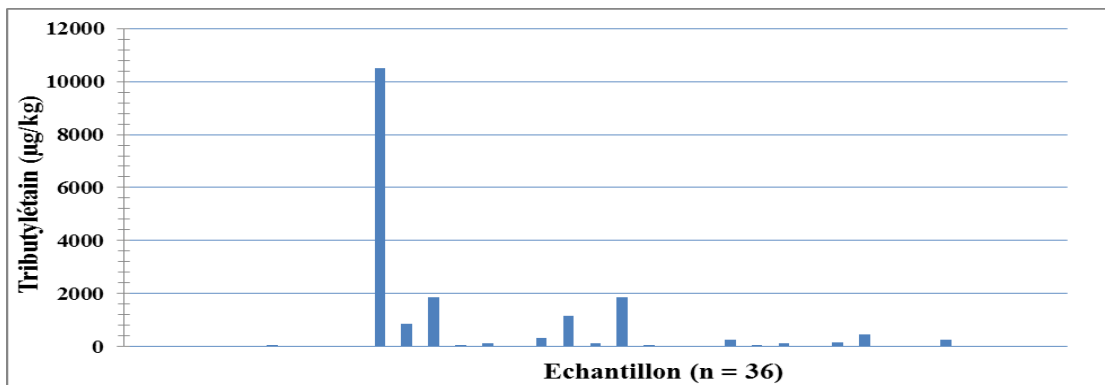


Figure 10 : Distribution des 36 valeurs de concentrations en tributylétain (pour les sédiments marins, valeur guide N1 = 100 µg/kg, N2 = 400 µg/kg)

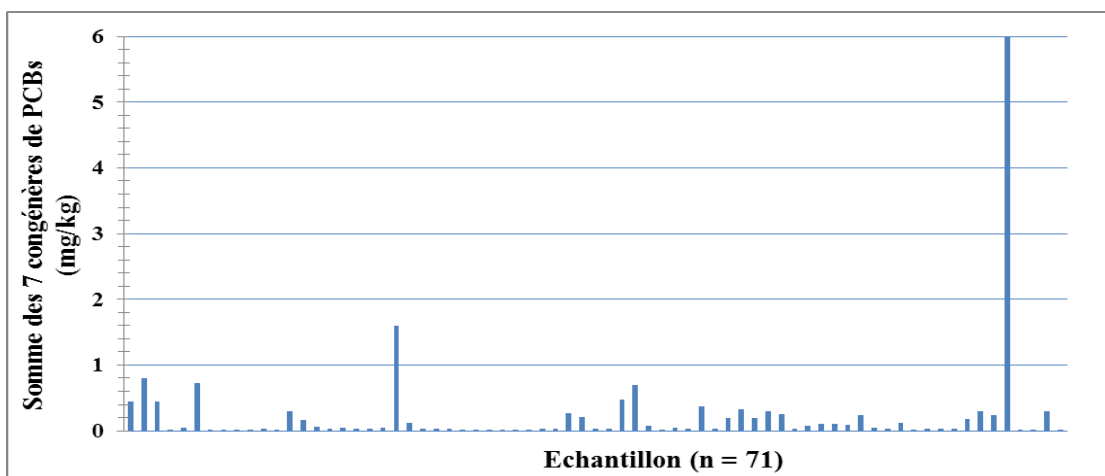


Figure 11 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en PCBs, somme des sept congénères indicateurs (seuil S1 = 0,680 mg/kg).

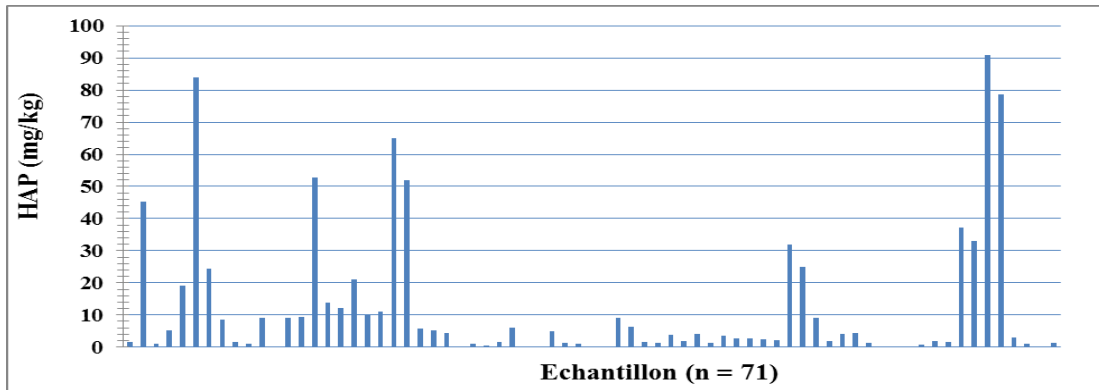


Figure 12 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en HAP, somme des 16 HAP de la liste EPA (seuil S1 = 22,8 mg/kg).

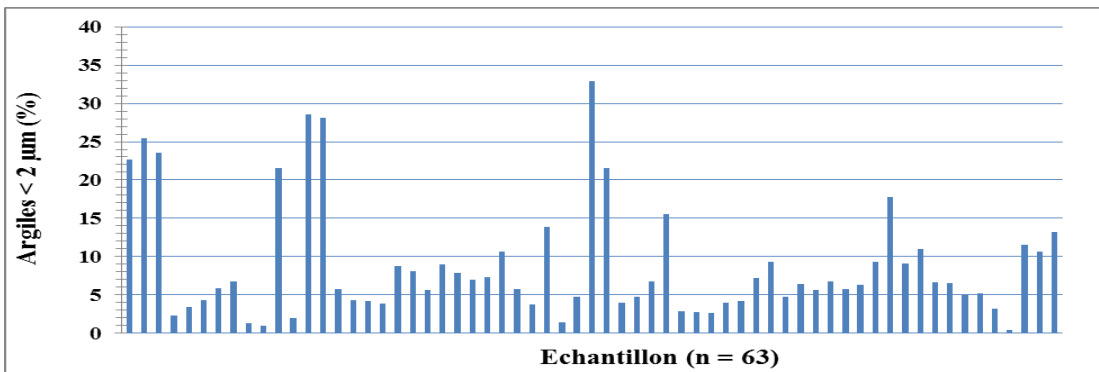


Figure 13 : Distribution des 63 valeurs de teneurs en argile < 2 µm.

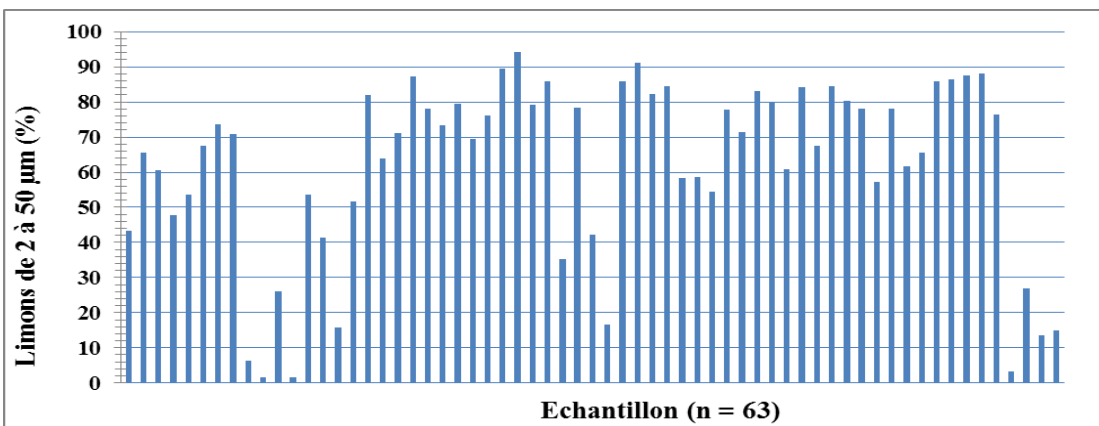


Figure 14 : Distribution des 63 valeurs de teneurs en limons de 2 à 50 µm.

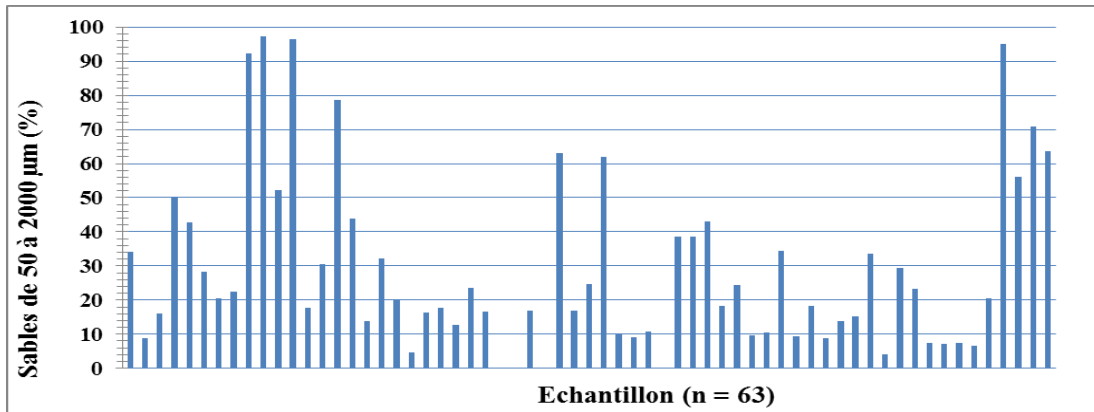


Figure 15 : Distribution des 63 valeurs de teneurs en sable compris de 50 à 2 000 µm.

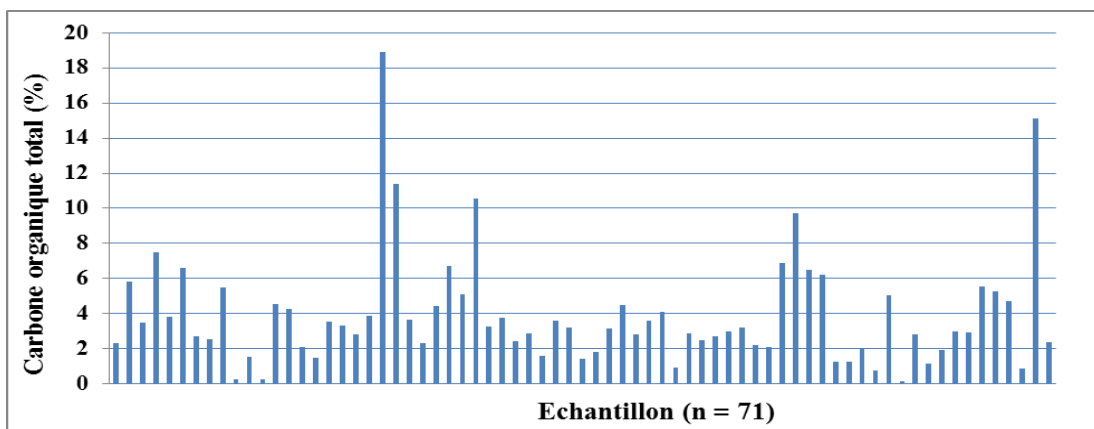


Figure 16 : Distribution des 71 valeurs de concentrations en carbone organique total.

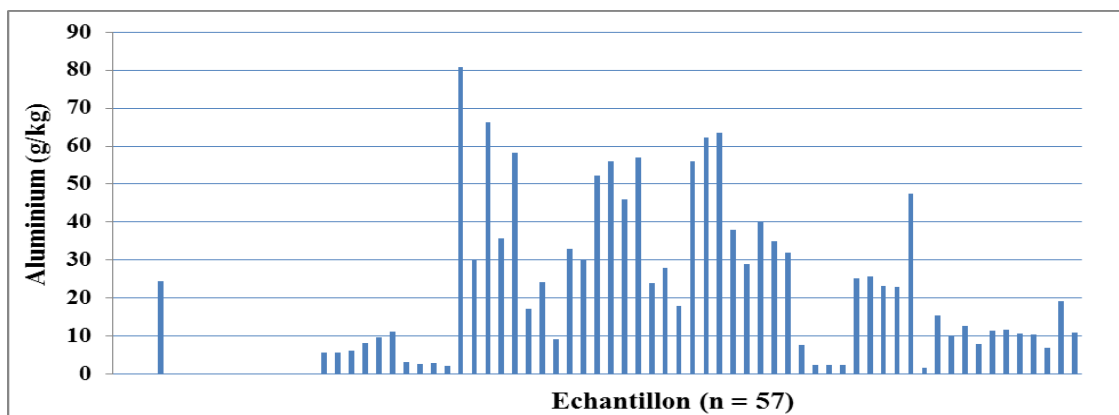


Figure 17 : Distribution des 57 valeurs de concentrations en aluminium.

3.2. RÉPÉTABILITÉ DES RÉSULTATS DES TESTS D'ÉCOTOXICOLOGIE

Pour les échantillons ayant donné des réponses significatives, les matrices « eau interstitielle » et « éluats » ont été testés en triplicats de manière à connaître la variabilité des résultats.

3.2.1. Test microtox

L'étude de répétabilité a été menée pour deux échantillons d'eaux interstitielles de sédiments continentaux (tableau 4) et quatre échantillons d'éluats de sédiments marins (tableau 5).

Statistique	Ech. A	Ech. B
Moyenne (n = 3)	17,7	42,0
Ecart-type	4,5	7,2
C. V. (%)	26	17

Tableau 4 : Répétabilité des CE_{50} 30 minutes du test microtox réalisé en triplicat sur les eaux interstitielles de deux sédiments continentaux pour lesquels une réponse significative a été observée.

Statistique	Ech. A	Ech. B	Ech. C	Ech. D
Moyenne (n = 3)	29,6	28,5	27,0	25,5
Ecart-type	0,2	2,4	0,8	0,4
C. V. (%)	0,7	8,5	2,8	1,4

Tableau 5 : Répétabilité des CE_{50} 30 minutes du test microtox réalisé en triplicat sur les éluats des quatre sédiments marins pour lesquels une réponse significative a été observée.

La variabilité est plus forte pour les eaux interstitielles que pour les éluats, bien que les CE_{50} soient du même ordre de grandeur. Pour les éluats, inclus dans l'évaluation de l'écotoxicologie du sédiment, contrairement aux eaux interstitielles dont la gestion relève d'une réglementation existante, trois des coefficients de variation sont inférieurs à 3 %, le maximum étant de 8,5 %. Cette répétabilité des résultats permet de considérer les valeurs obtenues pour un seul réplicat (cas des 70 échantillons autres que ceux du tableau 5) suffisamment fiables pour ne pas entraîner de risque majeur d'interprétation erronée par rapport à la valeur seuil de 10 %.

3.2.2. Test *Brachionus*

L'étude de répétabilité a pu être menée pour un échantillon (tableau 6).

Paramètre	Moyenne	Ecart-type	C. V. (%)
CE 20 - 48 h (%)	20	3	14

Tableau 6 : Répétabilité des CE_{20} 48 heures du test *Brachionus* réalisé en triplicat sur l'éluat d'un échantillon pour lequel une réponse significative a été observée.

Le coefficient de variation, 14 %, témoigne d'une réponse assez homogène entre les trois réplicats indépendants. Il faut par ailleurs rappeler que la valeur prise en compte à partir d'un seul réplicat d'éluat (cas des 73 échantillons autres que celui présenté au tableau XX) résulte

en fait de huit réplicats de chaque taux de dilution. Ce nombre de réplicats permet de calculer un intervalle de confiance à 95 % qui sera pris en compte en cas de valeur proche du seuil de 1 %.

3.2.3. Tests avec plantes terrestres

Vu les masses importantes nécessaires pour les tests en pots, des essais de répétabilité de la procédure complète n'ont pu être réalisés. Il faut toutefois rappeler que chaque dilution de l'échantillon est testée en quadruplicat (cf. § 2.3.) et que la valeur prise en compte pour la prise de décision est la moyenne de ces quatre valeurs. Par ailleurs, on dispose, au travers de l'intervalle de confiance à 95 %, d'une mesure de la variabilité du résultat.

En complément des tests plantes classiques en pots, un essai du système PHYTOTOXKIT (Van der Vliet *et al.*, 2012 ; Czerniawska-Kusza et Kusza, 2011 ; Oleszczuk, 2008) a été réalisé sur l'échantillon présentant la plus forte réponse écotoxicologique avec le test standard en pots. Les résultats des deux méthodes (Tableau 7) sont très semblables, tant au niveau des valeurs absolues que de l'intervalle de confiance à 95 % et de la décision de gestion associée (sédiment classé « déchet dangereux »).

Plante testée	Effet	Descripteur toxicologique	Résultats "en pots" (% de M. S.)	Résultats "phytotoxkit" (% de M. S.)
avoine	germination	CE50 - 7 jours	6,5 (4,6 - 9,1)	8,0 (5,8 - 10,7)
avoine	croissance	CE 50-20 jours	7,5 (5,2 - 10,5)	8,0 (6,0 - 10,5)
colza	germination	CE50 - 7 jours	8,1 (5,0 - 13,0)	9,4 (6,8 - 12,7)
colza	croissance	CE 50-20 jours	10,8 (7,3 - 15,5)	13,0 (9,8 - 16,9)

Tableau 7 : Comparaison entre les résultats (valeurs moyennes des quatre réplicats et intervalle de confiance à 95 % entre parenthèses) des tests plantes en pots et ceux obtenus avec le système PHYTOTOXKIT pour l'échantillon BC présentant la plus forte écotoxicité envers les plantes testées.

3.3. TEST MICROTOX SUR LES EAUX INTERSTITIELLES

3.3.1. Sédiments marins

Le test microtox appliqué aux 47 eaux interstitielles marines recueillies après la centrifugation (tableau 8) montre quatre réponses très écotoxiques avec des $CE_{50} < 10$, voire < 1 pour l'échantillon BN. La CE_{50} peut être calculée pour trois autres échantillons mais est d'au moins 36 %. Sept autres échantillons montrent une toxicité, mais insuffisante pour permettre le calcul d'une CE_{50} avec la gamme de concentrations testées. Les 33 échantillons restant ne montrent aucune écotoxicité même au taux de dilution de 50 %.

3.3.2. Sédiments continentaux

Aucune valeur de CE_{50} n'atteint 10 % ; l'échantillon le plus écotoxique (218) a une CE_{50} de 17,5 %, la seule autre CE_{50} pouvant être calculée est de 42 %. Douze autres échantillons ont une toxicité mesurable mais supérieure à 50 %. Les douze échantillons restant ne montrent aucune écotoxicité même pour la plus faible dilution étudiée, 50 % (tableau 9).

Echantillon	CE 50 μ Tox 5 min. (%)	CE 50 μ Tox 15 min. (%)	CE 50 μ Tox 30 min. (%)
BN	0,53	0,42	0,62
BC	5,7	5,0	5,2
EV	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
BA	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
M2	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
M1	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
CC2	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
CC1	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
GPA	38,8	25,3	37,7
GPC	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
GPB	> 50	> 50	NT 50 %
PR	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
BF	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
BS	> 50	> 50	> 50
ME	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
PT1	NT 50 %	> 50	NT 50 %
PT4	> 50	NT 50 %	NT 50 %
PT5	64,5	73,5	83,4
PT2	6,5	5,7	4,5
PT3	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
ZI1	12,1	7,9	6,7
ZI2	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
ZI3	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
ZI4	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
L1	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
L2	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
L3	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
L4	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
P3	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
P2A	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
P6	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
P5	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
LR2	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
P9	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
FL2	>50	> 50	> 50
FL1	>50	> 50	> 50
ZE	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
P9	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
P18	> 50	NT 50 %	NT 50 %
S1P	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
S2	>50	> 50	> 50
S3	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
S1	>50	> 50	> 50
AU	>50	> 50	36,1
AN	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
BI	>50	> 50	> 50
TR	>50	> 50	> 50

Tableau 8 : Résultats du test microtox sur les eaux interstitielles des sédiments marins.
Les valeurs en gras entraînent le classement du sédiment en « déchet dangereux ».

Echantillon	CE 50 μ Tox 5 min. (%)	CE 50 μ Tox 15 min. (%)	CE 50 μ Tox 30 min. (%)
FP01 EI	> 50	> 50	> 50
FB04 EI	NT 50 %	> 50	> 50
FR03 EI	> 50	> 50	> 50
FS05 EI	> 50	> 50	> 50
FC06 EI	> 50	> 50	> 50
FL02 EI	> 50	> 50	> 50
A EI	> 50	NT 50 %	NT 50 %
B EI	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
C EI	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
D EI	> 50	> 50	> 50
E EI	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
F EI	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
G EI	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
H EI	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
I EI	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
J EI	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
C56 EI	> 50	> 50	> 50
Tr EI	> 50	> 50	> 50
218 EI	34,5	23,2	17,5
RO EI	> 50	> 50	> 50
165 EI	51,8	45,4	42,0
160 EI	> 50	> 50	> 50
PK EI	> 50	> 50	> 50
201 EI	> 50	> 50	> 50
120 EI	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
LU EI	> 50	NT 50 %	NT 50 %
C7 EI	> 50	NT 50 %	NT 50 %

Tableau 9 : Résultats du test microtox sur les eaux interstitielles des sédiments continentaux.

3.4. TESTS SUR ÉLUATS

3.4.1. Sédiments marins

Aucune valeur qui classerait un sédiment en « déchet dangereux » n'est observée (tableau 10). La valeur la plus faible, traduisant le sédiment le plus écotoxique (9 %, réponse du test *Brachionus* de l'échantillon AU), reste neuf fois supérieure au seuil de déchet dangereux. La valeur basse de l'intervalle de confiance à 95 % de cet échantillon, 6 %, reste elle-même nettement supérieure au seuil de 1 %.

Echantillon	CE 50 μ Tox 5 minutes (%)	CE 50 μ Tox 15 minutes (%)	CE 50 μ Tox 30 minutes (%)	CE 50 <i>Daphnia</i> 24 h (%)	CE 50 <i>Daphnia</i> 48 h (%)	CE 50 <i>Brachionus</i> 48 h (%)
<i>Marins</i>						
BN	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
BC	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
EV	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	> 90	> 90	NT 80 %
BA	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	> 90	> 90	21,5
M2	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
M1	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
CC2	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	> 90	92,7	NT 90 %
CC1	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	> 90	88,1	NT 90 %
GPA	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
GPC	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
GPB	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
PR	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
BF	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
BS	> 80 %	> 80 %	> 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
ME	NT 80 %	NT 80 %	> 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
PT1	NT 80 %	NT 80 %	> 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
PT4	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
PT5	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
PT2	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
PT3	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
ZI1	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
ZI2	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
ZI3	NT 80 %	NT 80 %	> 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
ZI4	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
L1	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
L2	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
L3	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
L4	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
P3	42	34	30	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
P2A	36	32	29	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
P6	34	30	27	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
P5	32	30	26	> 90	> 90	NT 90 %
LR2	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	> 90	NT 90 %	NT 90 %
P9	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
FL2	NT 80 %	NT 80 %	> 80 %	NT 90 %	NT 90 %	47
FL1	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
ZE	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	> 90	NT 90 %	51
P9	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	> 90	NT 90 %	NT 90 %
P18	NT 80 %	> 80 %	> 80 %	NT 90 %	NT 90 %	67
S1P	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	> 90	NT 90 %	NT 90 %
S2	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
S3	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
S1	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
AU	> 80	> 80	> 80	NT 90 %	NT 90 %	9
AN	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	92	63	NT 90 %
BI	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	23
TR	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %

Tableau 10 : Résultats des tests sur éluats des sédiments marins.

C'est le test *Brachionus* qui apparaît le plus discriminant, avec six échantillons avec une CE₅₀ mesurable, contre quatre pour le test microtox et trois pour le test Daphnie. La sensibilité plus forte du test *Brachionus* par rapport au microtox et au test daphnie a également été observé pour une série de contaminants (Radix *et al.*, 2000). La plus forte réponse observée ici pour *Brachionus calyciflorus* par rapport aux deux autres tests est donc en accord avec la littérature, qui traite toutefois non pas de sédiments, mais de substances chimiques pures étudiées individuellement.

L'échantillon AU qui s'approche le plus du seuil de dangerosité (tout en en restant neuf fois moins écotoxique que cette valeur seuil) est un sédiment qui a été stocké à terre pendant deux ans avant d'être prélevé pour la présente étude. L'eau interstitielle de cet échantillon avait un pH de 3,0 et l'éluat généré pour les tests d'écotoxicité un pH de 2,8. Comme prévu dans les normes, ces pH ont été ramenés à 5,5 avant la conduite des tests d'écotoxicité ; l'effet mesuré n'est donc pas dû au pH lui-même. Par contre, ces pH très acides ont pu modifier la spéciation de la phase solide entraînant l'écotoxicité mesurée. Cet effet possible du « vieillissement » (terme utilisé ici de manière générique) est d'autant plus intéressant à noter que les concentrations totales des contaminants analysés dans l'échantillon en question ne sont pas particulièrement élevées (tableau 11).

Arsenic	Cadmium	Chrome	Cuivre	Mercure	Nickel	Plomb	Zinc	Σ PCBs	Σ HAPs
mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
15,4	0,3	35,2	13,6	0,2	18	23,2	84,1	0,035	0,7
<i>valeur seuil S1</i>									
30	2	150	100	1	50	100	300	0,680	22,8

Tableau 11 : Concentrations totales en contaminants mesurées dans l'échantillon AU et rappel des valeurs seuils S1.

Il n'est pas possible de conclure de manière indiscutable à un effet du vieillissement, vu l'absence de test mené sur cet échantillon au moment de sa mise à terre. L'observation faite ici doit toutefois être gardée à l'esprit, notamment en lien avec le critère H15 de la directive Européenne (Commission européenne, 2008) « H 15 : Déchets susceptibles, après élimination, de donner naissance, par quelque moyen que ce soit, à une autre substance, par exemple un produit de lixiviation, qui possède l'une des caractéristiques énumérées ci-dessus » (ci-dessus = notamment le critère H14).

3.4.2. Sédiments continentaux

Tout comme pour les sédiments marins, c'est le test *Brachionus* qui apparaît le plus discriminant, avec quatre échantillons dont les CE₅₀ peuvent être calculées, contre deux pour le test microtox et 0 pour le test daphnie. Aucune valeur qui classerait un sédiment en « déchet dangereux » n'est observée (Tableau 12).

La valeur la plus faible, traduisant le sédiment le plus écotoxique (15 %, échantillon F), reste quinze fois supérieure au seuil de déchet dangereux pour le test concerné (*Brachionus*). La valeur basse de l'intervalle de confiance à 95 % de cet échantillon, 7 %, reste elle-même nettement supérieure au seuil de 1 %. L'échantillon F est un sédiment avec une très forte contamination multi-paramètres (tableau 13).

Echantillon	CE 50 μ Tox 5 minutes (%)	CE 50 μ Tox 15 minutes (%)	CE 50 μ Tox 30 minutes (%)	CE 50 <i>Daphnia</i> 24 h (%)	CE 50 <i>Daphnia</i> 48 h (%)	CE 50 <i>Brachionus</i> 48 h (%)
<i>Continentaux</i>						
FP01	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	28
FB04	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
FR03	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
FS05	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
FC06	> 80	> 80	> 80	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
FL02	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
A	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	51
B	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
C	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
D	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
E	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
F	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	15
G	> 80	> 80	> 80	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
H	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
I	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
J	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
C56	67	> 80	> 80	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
Tr	> 80	> 80	78	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
218	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
RO	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	20
165	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
160	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
PK	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
201	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
120	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
LU	NT 80 %	> 80	> 80	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %
C7	NT 80 %	NT 80 %	NT 80 %	NT 90 %	NT 90 %	NT 90 %

Tableau 12 : Résultats des tests sur éluats des sédiments continentaux.

Arsenic	Cadmium	Chrome	Cuivre	Mercure	Nickel	Plomb	Zinc	Σ PCBs	Σ HAPs
mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
19,3	4,07	47,6	423	1,4	32	317	1090	1,59	65
<i>valeur seuil S1</i>									
30	2	150	100	1	50	100	300	0,680	22,8

Tableau 13 : Concentrations totales en contaminants mesurées dans l'échantillon F et rappel des valeurs seuils S1.

3.5. TESTS SUR LA MATRICE SOLIDE

3.5.1. Sédiments marins

Quatre échantillons dépassent la valeur seuil pour au moins un des quatre tests (tableau 14) et seraient donc classés « déchets dangereux » en application du protocole H14 avec les valeurs seuils proposées, 10 % (cf. figure 1).

La figure 18 illustre pour le sédiment BC le traitement statistique des résultats de germination de l'avoine.

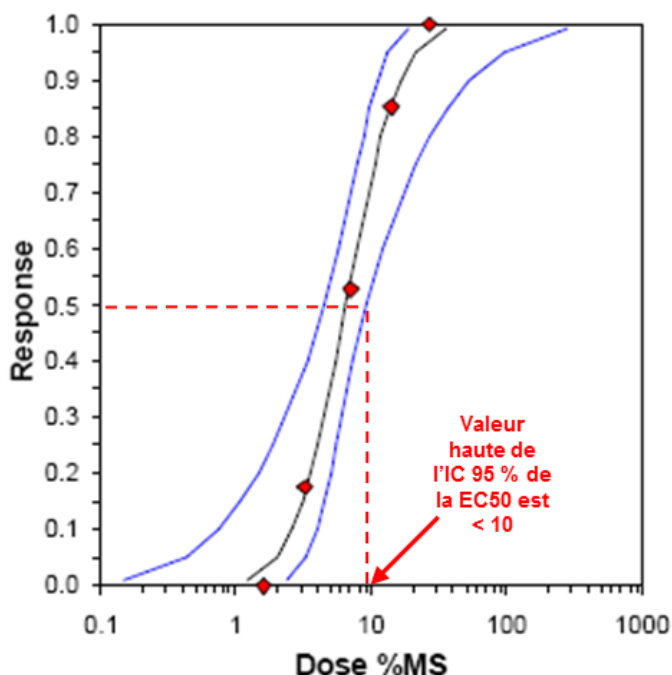


Figure 18 : Traitement statistique des résultats d'inhibition de la germination de l'avoine à sept jours (Response 0,5 = CE_{50}) en fonction du % de sédiment BC (Dose %MS) ajouté au sol ISO témoin.
 Pour cet échantillon, même la valeur haute de l'intervalle de confiance à 95 % est < 10 %, aboutissant au classement du sédiment en « déchet dangereux ».

Quarante et un des quarante-sept échantillons ont une CE_{50} mesurable avec au moins un des quatre tests mais n'atteignent pas la valeur seuil. Seulement, deux échantillons (S2 et S3) ne montrent aucune écotoxicité mesurable à aucun des quatre tests même à la plus forte proportion testée pour le sédiment ajouté au sol témoin ISO.

De légères différences de sensibilité apparaissent entre tests. Le test *Avena*, qui classe en déchet dangereux quatre échantillons, est un peu plus sensible que le test *Brassica* qui classe trois échantillons en déchet dangereux. De légères différences apparaissent également au sein de chaque test : la germination d'*Avena* est un peu plus sensible que la croissance dans deux cas sur quatre, et la germination de *Brassica* est un peu plus sensible que la croissance dans les trois cas où un effet est observé sur cette plante.

Par rapport aux tests sur éluats (zéro échantillon classé déchet dangereux, dix échantillons avec des réponses mesurables sur au moins un test), le taux de réponse aux tests plantes est très élevé (quatre échantillons classés déchet dangereux, 41 échantillons avec une CE_{50} mesurable pour au moins un des quatre tests).

Echantillon	CE 50 Avena	CE 50 Avena	CE 50 Brassica	CE 50 Brassica
	<i>sativa</i> germination (%)	<i>sativa</i> croissance (%)	<i>napus</i> germination (%)	<i>napus</i> croissance (%)
<i>Marins</i>				
BN	15	12	18	14
BC	6.5	7.5	8.1	11
EV	16	17	16	19
BA	18	19	27	24
M2	NT 75 %	NT 75 %	NT 75 %	> 75
M1	NT 71 %	NT 71 %	NT 71 %	> 71
CC2	13	17	14	20
CC1	13	15	13	11
GPA	15	17	11	18
GPC	24	20	15	19
GPB	9.7	9.7	9.7	13
PR	25	29	32	28
BF	22	20	21	15
BS	21	29	24	26
ME	15	14	23	25
PT1	15	17	20	17
PT4	19	16	20	18
PT5	19	21	26	29
PT2	23	22	29	32
PT3	17	14	19	18
ZI1	35	38	25	36
ZI2	25	25	20	25
ZI3	25	29	13	26
ZI4	30	44	25	35
L1	26	21	19	17
L2	21	23	17	16
L3	16	18	23	22
L4	29	33	25	31
P3	18	18	19	22
P2A	20	19	14	15
P6	25	26	25	28
P5	20	17	15	13
LR2	9.0	8.9	12	13
P9	14	17	20	20
FL2	> 78	> 78	> 78	NT 78 %
FL1	> 60	> 60	NT 60 %	51
ZE	21	18	42	35
P9	> 50	> 50	> 50	> 50
P18	40	42	45	37
S1P	8.0	8.6	8.2	10
S2	NT 55 %	NT 55 %	NT 55 %	NT 55 %
S3	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %	NT 50 %
S1	51	51	48	56
AU	48	34	50	32
AN	35	38	43	50
BI	51	47	67	62
TR	NT 53 %	NT 53 %	NT 53 %	39

Tableau 14 : Résultats des tests végétaux sur la matrice solide des sédiments marins. Les valeurs en gras entraînent le classement du sédiment en « déchet dangereux ».

La question se pose de savoir à quoi peuvent être dues les réponses si fréquentes des plantes terrestres semées sur des culots de centrifugation de sédiments marins.

Le principal problème connu dans l'évaluation de l'écotoxicité de sédiments marins avec les tests plantes terrestres est celui de la salinité (Bazin, 2008). L'étape préliminaire de centrifugation a d'ailleurs pour but de baisser cette salinité à des niveaux tolérables pour les plantes terrestres qui constituent le test standardisé. La quasi omniprésence d'un effet observé sur les 47 échantillons marins testés suggère que cette centrifugation n'a pas été suffisante, et que la salinité résiduelle est la cause des effets mesurés. L'examen des conductivités électriques (indicateurs de la salinité) des éluats préparés à partir des sédiments centrifugés permet de tester cette hypothèse. Certes, cet éluat ne représente pas l'eau de la matrice solide (sédiment centrifugé + sol ISO) dans laquelle seront les graines et racines des plantes. Il n'en demeure pas moins, dans la cadre de la présente étude, l'indicateur choisi pour étudier l'éventuel effet toxique de la salinité que la centrifugation n'aurait pas permis d'éliminer suffisamment.

L'hypothèse est donc la suivante : les effets toxiques observés sur plantes terrestres correspondent-ils aux sédiments dont les éluats, préparés après centrifugation, avaient la plus forte conductivité électrique (indicateur de la salinité résiduelle de la matrice solide) ? Si la salinité résiduelle entraîne un effet systématique, une relation significative doit exister entre la salinité et les réponses écotoxiques mesurées sur les tests plantes. La figure 19 montre qu'il existe bien une relation décroissante (exponentielle ou linéaire, le niveau de significativité change très peu) entre le taux de dilution du sédiment centrifugé entraînant la CE_{50} et la conductivité de l'éluat.

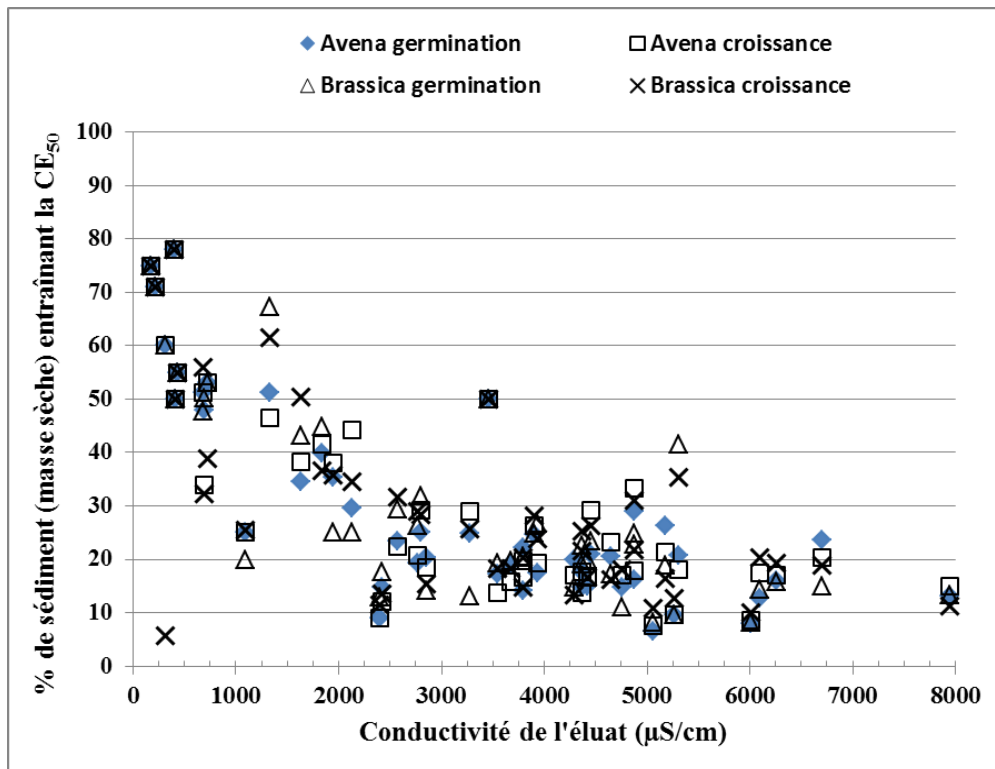


Figure 19 : Relation entre le pourcentage de sédiment (% de masse sèche) entraînant la CE_{50} des tests plantes et la conductivité de l'éluat (obtenu avec un rapport solide/liquide de 1/10, le sédiment ayant été au préalable centrifugé à 8 150 g pendant 30 minutes) pour les 47 échantillons marins.

Tous les coefficients de corrélation sont significatifs au niveau 0,001 (tableau 15) ; la relation entre la conductivité des éluats, qui reflète la salinité résiduelle après centrifugation, et les effets sur les plantes terrestres est donc statistiquement indiscutable.

Coefficient de corrélation	Avena germination	Avena croissance	Brassica germination	Brassica croissance
exponentiel	0,761 ^{***}	0,728 ^{***}	0,758 ^{***}	0,576 ^{***}
linéaire	0,776 ^{***}	0,756 ^{***}	0,758 ^{***}	0,656 ^{***}

Tableau 15 : Coefficients de corrélation (*r*) des relations entre l'effet observé sur les tests végétaux avec la matrice solide des sédiments marins et la conductivité des éluats.
^{***} : niveau de significativité : *p* = 0,001.

Pour aller plus loin dans l'interprétation des résultats, les tests plantes ont été effectués en ajoutant différentes concentrations d'eau de mer artificielle (AFNOR, 2009) dans la matrice solide préconisée par la norme ISO pour les tests plantes. Cette procédure revient à tester l'écotoxicité de l'eau de mer comme si elle était un contaminant. Les résultats (tableau 16) montrent un effet écotoxique significatif envers les plantes terrestres quand la conductivité électrique mesurée dans le support solide dépasse 2 000 µS/cm, avec une quasi-totale inhibition pour une conductivité de 5 270 µS/cm.

Conductivité électrique (µS/cm)	% inhibition germination Avena 7 jours	% inhibition croissance Avena 21 jours	% inhibition germination Brassica 7 jours	% inhibition croissance Avena 21 jours
480	Témoin	Témoin	Témoin	Témoin
1 230	0	- 16	- 9	- 5
1 870	9	8	- 6	12
2 260	15	26	16	27
3 900	47	60	47	70
5 270	85	94	94	98

Tableau 16 : Pourcentage d'inhibition des quatre tests plantes en fonction de la conductivité électrique générée dans la matrice solide (sol ISO) par ajout de différents volumes d'eau de mer artificielle.

Ces résultats correspondent à des CE₅₀ comprises entre 2 476 et 3 223 µS/cm (Tableau 17).

CE₅₀ (µS/cm) germination Avena 7 jours	CE₅₀ (µS/cm) croissance Avena 21 jours	CE₅₀ (µS/cm) germination Brassica 7 jours	CE₅₀ (µS/cm) croissance Avena 21 jours
3 223	2 718	3 470	2 476
(2 456 – 4 071)	(2 149 – 3 415)	(2 753 – 3 933)	(2 002 – 3 102)

Tableau 17 : CE₅₀ (exprimée en conductivité électrique, µS/cm, après soustraction de la valeur mesurée dans le sol ISO avec seulement de l'eau distillée) de l'eau de mer ajoutée au sol ISO (entre parenthèses : intervalle de confiance à 95 %).

Ces résultats ne peuvent évidemment pas être comparés directement aux valeurs de conductivité électrique mesurées sur les éluats, générées par un tout autre protocole expérimental. Elles permettent par contre d'expliquer sur le principe le très fort taux de réponse des tests plantes appliqués aux sédiments marins, même centrifugés.

Cet effet de la salinité entraîne-t-il des faux positifs, en l'occurrence le classement en « déchet dangereux » de sédiments suite à la seule salinité résiduelle du culot de centrifugation ? La figure 20 montre que pour la gamme de valeurs élevées de conductivité (2 400 à 6 000 µS/cm) correspondant à trois des quatre échantillons classés « déchets dangereux », les sédiments non classés « déchets dangereux » sont en fait bien plus nombreux que ceux classés « déchets

dangereux ». Le plus bel exemple que la salinité résiduelle ne suffit pas à entraîner un classement en « déchet dangereux » réside dans le fait que l'échantillon dont la toxicité envers les plantes est la plus élevée (5,7 % en masse suffisent à générer la CE₅₀) a un éluat avec la 3^e plus faible conductivité (310 µS/cm). De plus, des échantillons avec une conductivité jusqu'à 32 % supérieure à la plus élevée (6 010 µS/cm) associée à un échantillon classé « déchet dangereux » ont une écotoxicité < 10 %. L'effet toxique observé avec moins de 10 % en masse de sédiment pour quatre échantillons est donc très probablement lié à autre chose que la salinité.

Un autre paramètre physico-chimique mesuré et connu pour sa toxicité envers les végétaux est la teneur en cuivre. La figure 20 montre toutefois qu'il n'existe, dans le jeu de données disponible ici, aucune relation entre l'écotoxicité envers les plantes et la teneur en cuivre des sédiments. Cette difficulté, voire impossibilité, à mettre en relation univoque un paramètre physico-chimique avec une réponse écotoxicologique n'est pas une nouveauté, et justifie en fait l'approche écotoxicologique qui intègre toute une série de facteurs, dont la biodisponibilité des contaminants.

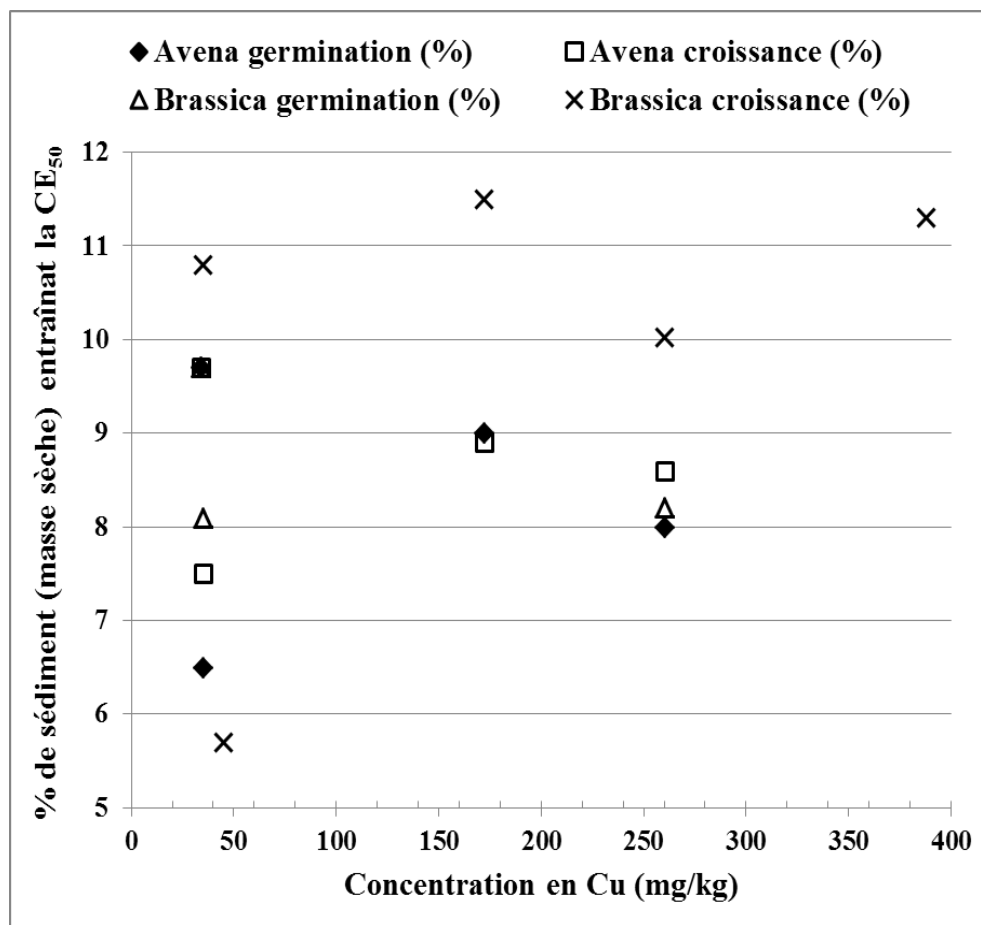


Figure 20 : Relation entre le pourcentage de sédiment (% de masse sèche) entraînant la CE₅₀ et la concentration en cuivre pour les échantillons marins montrant la plus forte écotoxicité envers les plantes.

3.5.2. Sédiments continentaux

Aucune valeur n'atteint le seuil de dix unités toxiques en-deçà duquel le sédiment serait classé « déchet dangereux ». Par ailleurs, la plus forte écotoxicité (CE₅₀ pour la croissance de *Brassica*, échantillon FC06) reste 3,7 fois inférieure au seuil (CE₅₀ = 37 pour une valeur seuil de

10). Enfin, seuls quatre échantillons sur 27 ont une CE₅₀ quantifiable. Ce très faible taux de réponse est une confirmation indirecte du rôle de la salinité résiduelle dans le fort taux de réponse observé avec les sédiments marins (cf. tableau 18).

La comparaison entre les deux plantes montre une sensibilité légèrement supérieure du test *Brassica* (quatre réponses quantifiables) par rapport au test *Avena* (deux réponses quantifiables) ; pour les sédiments marins, la tendance était opposée (cf. tableau 14). Pour chacune des deux plantes, la réponse de la croissance est très légèrement plus forte (CE₅₀ plus faible) que celle de la germination ; l'inverse est observé pour les sédiments marins (cf. tableau 14).

Echantillon	CE 50 <i>Avena sativa</i> germination (%)	CE 50 <i>Avena sativa</i> croissance (%)	CE 50 <i>Brassica napus</i> germination (%)	CE 50 <i>Brassica napus</i> croissance (%)
<i>Continentaux</i>				
FP01	NT 41 %	NT 41 %	NT 41 %	NT 41 %
FB04	> 68	NT 68 %	> 68	NT 68 %
FR03	NT 75 %	NT 75 %	NT 75 %	68
FS05	> 42	> 42	NT 42 %	> 42
FC06	> 42	40	42	37
FL02	NT 67 %	NT 67 %	NT 67 %	NT 67 %
A	NT 73 %	NT 73 %	> 73	NT 73 %
B	NT 64 %	NT 64 %	NT 64 %	NT 64 %
C	NT 67 %	NT 67 %	NT 67 %	> 67
D	NT 49 %	NT 49 %	NT 49 %	> 49
E	NT 57 %	NT 57 %	> 57	> 57
F	> 47	> 47	> 47	> 47
G	NT 57 %	NT 57 %	> 57	NT 57 %
H	> 67	> 67	> 67	> 67
I	NT 57 %	NT 57 %	NT 57 %	NT 57 %
J	NT 56 %	NT 56 %	> 56	> 56
C56	> 55	> 55	> 55	> 55
Tr	> 56	> 56	NT 56 %	> 56
218	NT 78 %	> 78	NT 78 %	> 78
RO	NT 76 %	NT 76 %	> 76	76
165	NT 80 %	> 80	NT 80 %	> 80
160	> 57	> 57	> 57	> 57
PK	81	81	NT 87 %	NT 87 %
201	NT 73 %	NT 73 %	NT 73 %	NT 73 %
120	NT 58 %	NT 58 %	NT 58 %	53
LU	NT 76 %	NT 76 %	NT 76 %	NT 76 %
C7	NT 69 %	NT 69 %	NT 69 %	NT 69 %

Tableau 18 : Résultats des tests végétaux sur la matrice solide des sédiments continentaux.

3.6. TESTS DE SENSIBILITÉ DES VALEURS SEUILS

Les valeurs seuils utilisées pour la prise de décision sont un des points les plus discutables du protocole appliqué. Il existe en effet très peu de données scientifiques à l'appui des valeurs

utilisées (Méhu *et al.*, 1994 ; Pandard *et al.*, 2006). L'effet qu'aurait une révision de ces valeurs sur le pourcentage de sédiments classés « déchets dangereux » a donc été testé en prenant des valeurs seuils 2, 3 et 5 fois plus strictes (plus protectrices pour l'environnement) que les valeurs actuelles (tableau 19).

Matrice et test	% échantillons classés dangereux sur base de la valeur seuil			
	actuelle	2 x plus stricte	3 x plus stricte	5 x plus stricte
Sédiments marins + continentaux				
Microtox	0	0	0	5,4
<i>Brachionus</i>	1,4	2,8	8,1	9,5
Daphnie	0	0	0	0
Germination <i>Avena</i>	5,4	24,3	43,2	50,0
Croissance <i>Avena</i>	5,4	25,7	41,9	51,4
Germination <i>Brassica</i>	4,0	23,0	43,2	51,4
Croissance <i>Brassica</i>	0	23,0	39,2	50,0
Sédiments continentaux				
Germination <i>Avena</i>	0	0	0	0
Croissance <i>Avena</i>	0	0	0	0
Germination <i>Brassica</i>	0	0	0	0
Croissance <i>Brassica</i>	0	0	0	0
Sédiments marins				
Germination <i>Avena</i>	8,5	60	74	87
Croissance <i>Avena</i>	8,5	60	74	87
Germination <i>Brassica</i>	6,3	60	74	87
Croissance <i>Brassica</i>	0	60	74	87

Tableau 19 : Pourcentages d'échantillons classés dangereux sur base de différentes valeurs seuils pour chacun des tests inclus dans le protocole H14.

Pour les tests sur éluats, une valeur seuil deux fois plus stricte doublerait le % de sédiments classés « déchets dangereux », et une valeur trois fois plus stricte multiplierait par six ce % (8,1 % du nombre d'échantillons seraient classés « dangereux ». Sans données fiables sur les volumes concernés, il est impossible de prévoir les implications financières d'une modification éventuelle des valeurs seuils relatives aux tests sur éluats.

En ce qui concerne les tests sur plantes, l'absence de caractère discriminant pour les sédiments continentaux aboutit à une absence complète de modification de classement quelle que soit la valeur seuil. Par contre, pour les sédiments marins, un simple doublement de la valeur seuil ferait entièrement basculer les décisions de gestion, 60 % des sédiments marins se trouvant alors classés comme « déchets dangereux ». La salinité résiduelle des sédiments marins après centrifugation a une forte influence sur la réponse écotoxicologique des tests plantes ; un hypothétique renforcement du niveau de protection (résultant d'une valeur seuil deux fois plus élevée) aboutirait donc à classer « déchet dangereux » des sédiments dont l'écotoxicologie envers les plantes terrestres résulterait essentiellement de la salinité résiduelle.

Une manière de résoudre ce problème serait de procéder à une centrifugation plus poussée avant la mise en place des tests plantes terrestres avec les sédiments marins. Il n'est toutefois pas évident que l'eau liée aux argiles fines des sédiments marins soit extractible sans recourir à des forces centrifuges que seules des machines très coûteuses et à faible volume utile peuvent atteindre. Cette solution se heurterait donc, vu les volumes nécessaires pour les tests en pots, à de gros problèmes pour les laboratoires devant mener ces essais et entraînerait des coûts supplémentaires importants.

Une seconde solution envisageable serait de rincer légèrement les culots de centrifugation à l'eau déminéralisée pour en réduire la salinité avant leur utilisation pour les tests de germination et de croissance. Un tel traitement engendrerait malheureusement la mise en solution d'une fraction, totalement imprévisible en quantité et qualité, des contaminants présents dans la matrice solide.

Une troisième solution consisterait à mettre en œuvre des tests plantes nécessitant une beaucoup plus faible masse d'échantillon, permettant ainsi une centrifugation plus poussée sans surcoût majeur. Les PHYTOTOKIT répondent à ce critère, mais il ne s'agit pas encore de tests normés au niveau international et il faudrait par ailleurs vérifier que, même pour des masses de l'ordre de 2 kg frais, le niveau de centrifugation nécessaire à mieux éliminer la salinité résiduelle soit disponible, ou en tout cas atteignable, dans les laboratoires d'écotoxicologie.

En conclusion, aucune modification n'est suggérée dans le prétraitement des échantillons destinés à la mise en œuvre des tests plantes du protocole H14. D'éventuelles $CE_{50} < 10$ avec des conductivités $> 8\,000\ \mu\text{s}/\text{cm}$ devront toutefois être interprétées avec prudence vu l'effet écotoxique de la salinité. Pour les opérateurs de sédiments marins destinés à une gestion à terre, une recommandation consiste à éliminer au maximum l'eau interstitielle (ressuyage ?) et l'eau liée (léger lavage ?), en procédant évidemment à une gestion rigoureuse de ces eaux, avant une filière de gestion qui mettrait des plantes terrestres en contact direct avec ces sédiments.

3.7. IMPLICATIONS DES RÉSULTATS DE L'ÉTUDE EN RELATION AVEC LES VOLUMES DES GISEMENTS CONCERNÉS

Les volumes de sédiments représentés par les échantillons prélevés ont été demandés aux participants bénévoles à l'étude. Seul un petit nombre de données a été obtenu, notamment en raison de la difficulté à (voire l'impossibilité de) délimiter précisément les gisements en question, et à cause des modes de prélèvement (essentiellement benne van Veen ou pelle manuelle sur 30 cm d'épaisseur) qui ne permettent pas de caractériser toute la profondeur du gisement.

Pour les quatre sédiments qui seraient classés « déchets dangereux », la somme des volumes estimés par les opérateurs est de $100\,000\ \text{m}^3$, soit une portion très minime des volumes de sédiments dragués ou curés annuellement.

Les volumes de sédiments qui, au niveau annuel national moyen, seraient classés « déchets dangereux » suite à l'éventuelle mise en œuvre réglementaire du protocole H14 est d'autant plus faible que les volumes estimés ci-dessus correspondent à des gisements qui avaient été choisis en raison de leur forte contamination.

3.8. COMPARAISON ENTRE TESTS

Un des objectifs de l'étude était de voir dans quelle mesure le protocole pouvait ou devait éventuellement être modifié, notamment en ce qui concerne les tests écotoxicologiques à mettre en œuvre.

Le volet « toxicité aiguë des éluats » avait été constitué avec deux tests, daphnie et microtox, utilisés dans une série d'études d'écotoxicité de déchets (Moser *et al.*, 2011 ; Pandard *et al.*, 2006 ; Rila & Eisentraeger, 2003 ; Römbke *et al.*, 2009). La mise en œuvre de ces deux tests visait à voir s'ils avaient un caractère discriminant complémentaire, et à enrichir la base de données sur ces tests aigus, tant en milieu marin que continental.

Le très faible pourcentage de réponses toxicologiques observées rend délicate la comparaison entre tests. En ce qui concerne les classements en « déchets dangereux », seul le test « plantes terrestres sur matrice solide » a un pouvoir discriminant (tableau 20). Pour les trois autres tests, il n'est pas possible, sur la base de l'atteinte ou non des valeurs seuils, d'en préconiser l'un plutôt que l'autre.

Test	Échantillon avec réponse < la valeur seuil ⇒ « déchets dangereux »
Microtox 30 min., éluat	-
Daphnie 48 h, éluat	-
Brachionus 48 h, éluat	-
Plantes terrestres sur matrice solide	BC, GPB, LR2, S1P

Tableau 20 : Comparaison entre tests des échantillons qui seraient classés « déchets dangereux » suite à l'application du protocole H14.

Il peut toutefois s'avérer utile de s'intéresser à la sensibilité des tests pour des réponses moindres que celles aboutissant à un classement en déchet dangereux (tableau 21).

Test	Réponse > la valeur seuil et < 3x la valeur seuil
Microtox 30 min., éluat	P3, P2A, P5, P6
Daphnie 48 h, éluat	-
Brachionus 48 h, éluat	FP01, RO, F
Plantes terrestres sur matrice solide	M1, M2, FL2, FL1, P9, P18, S2, S3, S1, AU, BI, TR

Tableau 21 : Échantillons pour lesquels une réponse supérieure à la valeur seuil et inférieure à trois fois la valeur seuil a été observée pour l'un ou l'autre des tests.

Avec trois fois la valeur seuil comme filtre, les tests plantes restent les plus discriminants (douze échantillons), suivis du test microtox (quatre échantillons) et du test *Brachionus* (trois échantillons), le test Daphnie ne s'avérant toujours pas discriminant. Le maintien du test daphnie dans l'évaluation de l'écotoxicité des sédiments ne se justifie donc pas, et il est suggéré que la toxicité aigüe soit mesurée via le seul test microtox (*Vibrio fischeri*), qui est d'ailleurs un des trois tests sélectionnés sur la base d'une approche efficacité/coût pour l'évaluation de l'écotoxicité de 40 déchets industriels et urbains de types différents (Pandard et al., 2006).

La mesure de toxicité aigüe vis-à-vis d'organismes terrestres repose sur l'emploi de deux plantes, en application de la norme ISO. Dans un souci d'optimiser le rapport coût/bénéfice de la démarche d'évaluation, une comparaison des réponses données par chacune des deux plantes mérite d'être menée.

La figure 21 montre que la réponse en germination d'*Avena* est très semblable à la réponse de *Brassica napus*, avec une pente de 1,0002 entre les valeurs des deux paramètres et un coefficient de détermination de la régression linéaire significatif au niveau 0,001.

En ce qui concerne la croissance, la figure 22 montre que la réponse d'*Avena* est en général un peu plus faible que celle de *Brassica napus*, avec une pente de 0,8006 entre les valeurs des

deux paramètres et un coefficient de détermination de la régression linéaire significatif au niveau 0,001.

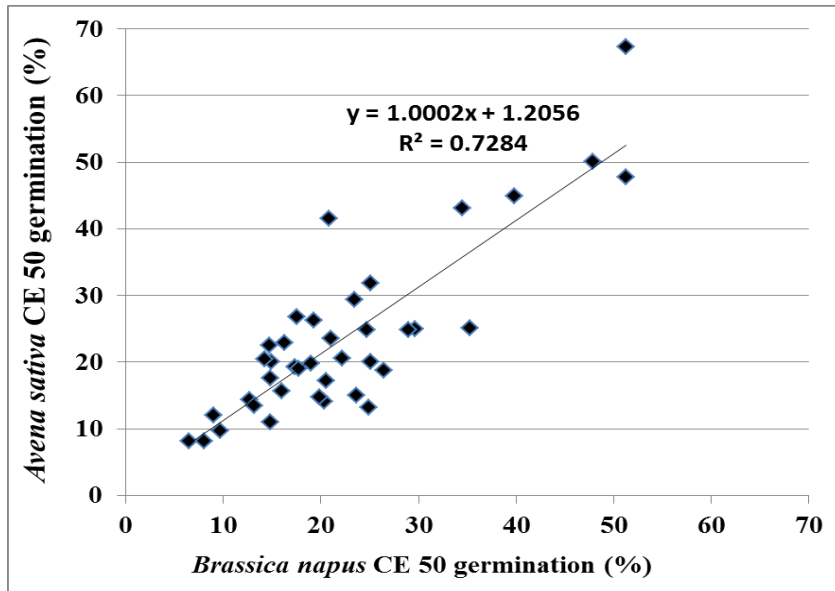


Figure 21 : Comparaison des CE_{50} pour les tests de germination de Brassica napus et Avena sativa appliqués aux 47 sédiments marins.

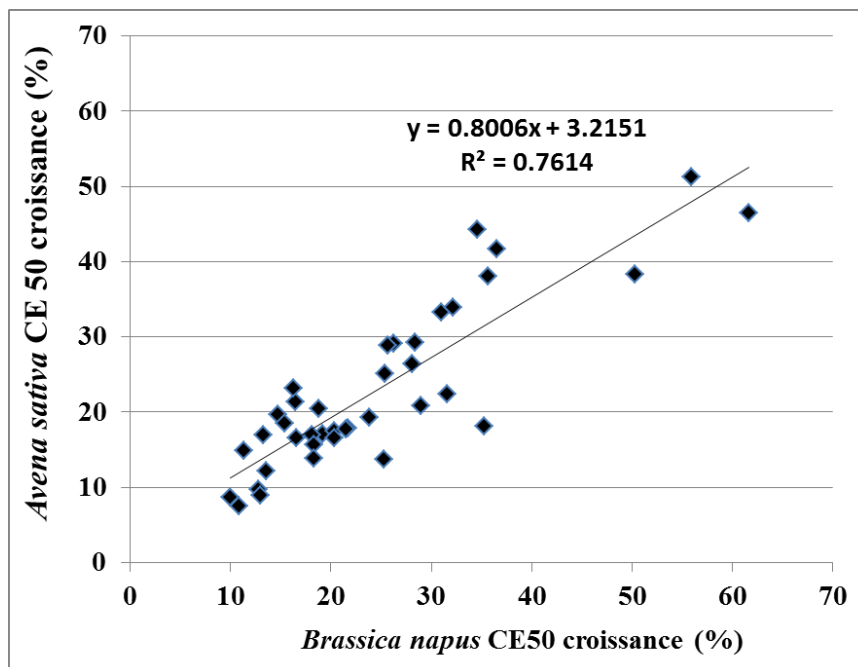


Figure 22 : Comparaison des CE_{50} pour les tests de croissance de Brassica napus et Avena sativa appliqués aux 47 sédiments marins.

Sur la base de cette analyse statistique sommaire, il n'apparaît pas utile de procéder au test de germination sur les deux plantes, les réponses des deux tests étant globalement très redondantes. Pour le test de croissance, la pente de la relation entre les deux plantes (0,800) montre une sensibilité globale d'*Avena* inférieure à celle de *Brassica*, mais l'ordonnée à l'origine (+ 3,2) traduit une plus grande sensibilité d'*Avena* pour les sédiments dont la CE_{50} est proche de la valeur seuil.

Vu les enjeux associés au classement en « dangereux » ou « non dangereux », il faut aller au-delà d'une comparaison globale de la sensibilité des tests aux 47 échantillons. La question se pose notamment de savoir si ce sont les mêmes sédiments qui sont classés « dangereux » par les deux plantes. Le test avoine montre une $CE_{50} < 10$ pour les échantillons BC, GPB, LR2 et S1P ; le test *Brassica* pour les échantillons BC, GPB et S1P. Vu que ce sont les trois mêmes échantillons qui sont classés « dangereux » pour les deux tests, mais que le test *Avena* en identifie un de plus que le test *Brassica*, il est suggéré de ne maintenir que le test avoine pour des mises en œuvre futures du protocole H14. Cette manière de procéder s'écarte de la norme ISO, mais ne semble pas devoir entraîner de perte significative d'information. Par contre, elle permet un gain financier important car le volume à prélever et les temps de tamisage et centrifugation deviennent deux fois plus faibles. Par ailleurs, le volet « plantes terrestres » du critère H14 appliqué aux déchets industriels ne repose également que sur une plante, la laitue, suite à l'étude de coût/bénéfice réalisée par l'INERIS (Pandard *et al.*, 2006). La proposition de ne maintenir qu'un test plante pour les sédiments ne crée donc pas de précédent et est cohérente avec la politique nationale globale d'évaluation de l'écotoxicologie des déchets.

4. Conclusions

Basée sur un jeu d'échantillons très représentatifs de la situation française (47 échantillons marins et 27 échantillons continentaux choisis par les opérateurs pour représenter la fourchette haute des niveaux de contamination physico-chimique de sédiments susceptibles d'être dragués et répartis sur l'ensemble du territoire, y compris les DOM-TOM), l'application du protocole H14 aboutit aux conclusions suivantes :

- Aucun sédiment prélevé en eau douce n'atteint le seuil de classement en déchet dangereux pour aucun des sept tests d'écotoxicité utilisés.
- Quatre sédiments marins (soit 5,4 % du nombre total de sédiments étudiés) seraient classés dangereux suite à leurs réponses aux tests avec les plantes terrestres. Ces sédiments représentent un volume cumulé estimé de 100 000 m³.
- Un éventuel abaissement d'un facteur 2 des valeurs seuils n'aurait pas d'influence sur le classement des sédiments continentaux mais entraînerait par contre le classement en déchet dangereux de 60 % des sédiments marins (soit 24 % du nombre total de sédiments étudiés), suite aux fortes réponses des sédiments marins aux tests avec les plantes terrestres.
- La réponse écotoxicologique quasi-systématique des sédiments marins aux tests avec les plantes terrestres semble bien liée à la salinité résiduelle du culot de centrifugation mais cet effet ne suffit pas à expliquer la forte écotoxicité des quatre échantillons classés « déchets dangereux ».
- Le test daphnie sur éluats n'a aucun caractère discriminant ; il peut donc être retiré du protocole, d'autant que le volet « toxicité algue sur éluat » reste couvert par le test *Brachionus* qui montre un certain potentiel discriminant.
- Les deux tests de plantes terrestres s'avèrent très redondants, le test avec l'avoine étant un peu plus discriminant que le test avec le colza. Le retour d'expérience que permet la présente étude incite donc à ne garder que le test avoine dans le protocole révisé, pour optimiser le rapport coût/bénéfice de l'application du protocole H14.
- Les eaux interstitielles des sédiments montrent parfois une forte écotoxicité algue envers le test microtox ; ces eaux doivent donc faire l'objet d'une attention particulière.
- Le seul problème dont ont fait part les opérateurs est le volume de sédiments nécessaires pour l'ensemble du protocole, 30 l. Ce volume entraîne un surcoût par rapport aux prélèvements classiques ne visant que la détermination des caractéristiques physico-chimiques des sédiments, analyses nécessaires pour la comparaison avec les seuils de qualité S1 de l'article 1^{er} de l'Arrêté du 9 août 2006.
- Le seul problème dont a fait part le laboratoire d'écotoxicologie est la granulométrie très grossière d'un échantillon qui en a empêché l'étude faute de masse suffisante < 4 mm.
- Le seul sédiment qui avait été stocké à terre un certain temps avant d'être échantillonné pour l'étude montre, pour le test *Brachionus*, la réponse écotoxicologique la plus forte des 74 sédiments étudiés. Cette écotoxicité pourrait être liée à une évolution (vieillesse) subie par le sédiment, évolution que le critère H15 vise à prendre en compte.

Sur la base de la présente étude, tant les autorités compétentes que les opérateurs et autres parties prenantes peuvent discuter des suites à donner, notamment la possibilité et les implications d'une réglementation qui s'appuierait sur le protocole testé ici et dont l'étude a permis de proposer certains allègements, donnant lieu au protocole révisé décrit à la figure 23.

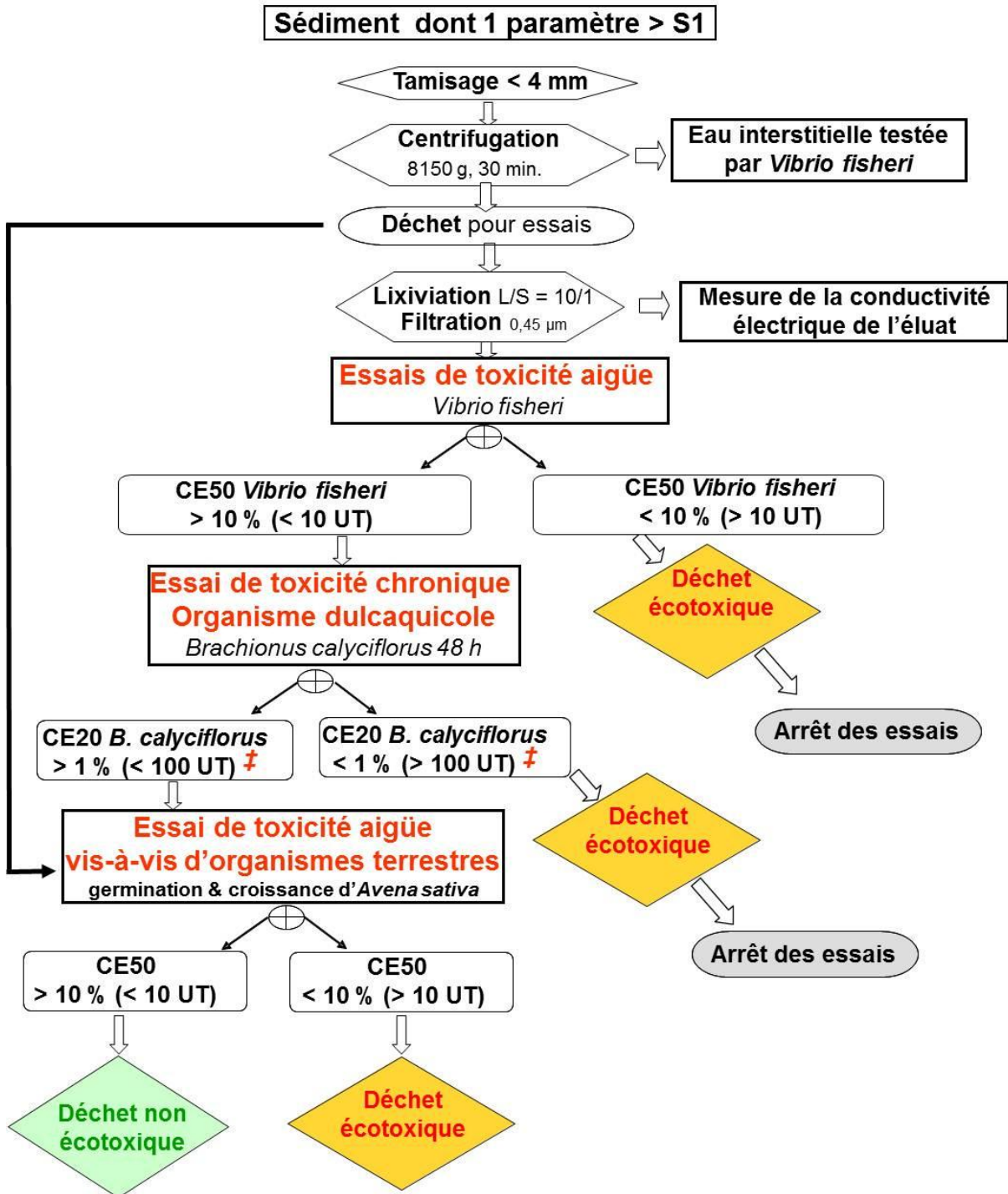


Figure 23 : Protocole proposé pour la mesure de l'écotoxicité (paramètre H14) des sédiments marins et continentaux destinés à une gestion à terre (1^{er} décembre 2012).

CE50 ou CE20 = concentration de l'éluat ou de la matrice solide entraînant 50 ou 20 % de l'effet toxique maximal ;
y% = taux de dilution de l'éluat ou de la matrice solide ; UT = unité toxique.

5. Remerciements

Des remerciements sont adressés à tous les opérateurs dont l'implication bénévole s'est accompagnée d'une disponibilité remarquable lors des divers échanges que l'étude a nécessités. L'action d'Antoine Delouis a été particulièrement appréciée, ainsi que la participation de l'ensemble des acteurs du groupe GEODE.

6. Bibliographie

AFNOR (2009) - Norme EN ISO 11348-3. Indice de classement T 90-320-3. Qualité de l'eau. Détermination de l'effet inhibiteur d'échantillons d'eau sur la luminescence de *Vibrio fischeri* (Essai de bactéries luminescentes). Partie 3 : Méthode utilisant des bactéries lyophilisées. 29 p.

Bazin C. (2008) - Mission 1 & Missions 6, 7, 8, 9, 10c. Évaluation de la dangerosité des sédiments marins. Phase expérimentale. Version finale. INSAVALOR/POLDEN, 96 p. polden@insavalor.fr

Commission Européenne (2008) - Directive 2008/98/EC du parlement européen et du conseil du 19 novembre 2008 relative aux déchets et abrogeant certaines directives. Journal officiel de l'Union européenne, L 312/3-30, 22/11/2008, <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2008:312:0003:0030:FR:PDF>. Page Web visitée le 29 janvier 2012.

Czerniawska-Kusza I. & Kusza G. (2011) - The potential of the Phytotoxkit microbiotest for hazard evaluation of sediments in eutrophic freshwater ecosystems. *Environmental monitoring and assessment*, 179 (4), p. 113-121.

Journal Officiel de la République française (2006) - Arrêté du 09/08/06 relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux relevant respectivement des rubriques 2.2.3.0, 4.1.3.0 et 3.2.1.0 de la nomenclature annexée au décret n° 93-743 du 29 mars 1993. J.O n° 222 du 24 septembre 2006. <http://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000000423497#JORFARTI000001281839>. Page web visitée le 10 février 2012.

Journal Officiel de la République française (2010) - Arrêté du 23 décembre 2009 complétant l'arrêté du 9 août 2006 relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux relevant respectivement des rubriques 2.2.3.0, 3.2.1.0 et 4.1.3.0 de la nomenclature annexée à l'article R. 214-1 du code de l'environnement. J. O. du 15 janvier 2010, Texte 9 sur 195. http://www.legifrance.gouv.fr/jopdf/common/jo_pdf.jsp?numJO=0&dateJO=20100115&numTexte=9&pageDebut=00807&pageFin=00807

Méhu J., Perrodin Y., Volatier L., Gourdon R. (1994) - Contribution à l'établissement d'une procédure d'évaluation du critère « écotoxique » (H14 de l'annexe III de la Directive 91/689 relative aux déchets dangereux). p. 79-96.

Moser H., Roembke J., Donnevert G. & Becker R. (2011) - Evaluation of biological methods for a future methodological implementation of the Hazard criterion H14 "ecotoxic" in the European waste list (2000/532/EC). *Waste Manag. Res.* 29: p. 180-187.

Mouvet C. (2012) - Protocole pour l'évaluation de l'écotoxicologie de sédiments destinés à une gestion à terre. Rapport final. BRGM/RP-60835-FR, 15 p., 2 ill.

Oleszczuk P. (2008) - The toxicity of composts from sewage sludges evaluated by the direct contact tests phytotoxkit and ostracodtoxkit. *Waste management*, 28(9), p. 1645-1653.

Pandard P., Devillers J., Charissou A.M., Poulsen V., Jourdain M.J., Férard J-F., Grand C. & Bispo A. (2006) - Selecting a Battery of Bioassays for Ecotoxicological Characterization of Wastes. *Sci. Total Environ.* 363: p. 114-125.

Rila J.P. & Eisentraeger A. (2003) - Application of bioassays for risk characterisation and remediation control of soils polluted with nitroaromatics and PAHs. *Water, Air, and Soil Pollution*, 148, p. 223-242.

Radix P., Leonard M., Papantoniou C., Roman G., Saouter E., Gallotti-Schmitt S., Thiebaud H., Vasseur P. (2000) - Comparison of four chronic toxicity tests using algae, bacteria, and invertebrates assessed with sixteen chemicals. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 47 (2), p. 186-194.

Römbke J., Moser TH. & Moser H. (2009) - Ecotoxicological characterization of 12 incineration ashes (MWI) using 6 laboratory tests. *Waste Management* 29: p. 2475-2482.

Van der Vliet L., Velicogna J., Princz J. & Scroggings R. (2012) - Phytotoxkit: A critical look at a rapid assessment tool. *Environmental toxicology and chemistry*, 31 (2), p. 316-323.

Annexe 1

Étude test du protocole H14 MEEDDM/DGPR, octobre 2009, appliqué à des sédiments marins et continentaux : note à l'attention des opérateurs

C. Mouvet, BRGM/EPI

18 juin 2010

Rappel du contexte

Dans la mesure où des sédiments dragués sont susceptibles d'être gérés à terre, sur la base de dépassements de valeurs seuils de paramètres physico-chimiques, il faut déterminer le caractère éventuellement « dangereux » de ces sédiments. Un des critères à prendre en compte dans le cadre de la législation sur les déchets est le H14, lié à l'écotoxicologie.

Entre 2008 et fin 2009, les travaux du groupe de travail « dangerosité des sédiments » mis sur pied par le MEEDDM ont abouti à la proposition d'un protocole « H 14 sédiments ». La volonté du MEEDDM est que le protocole s'insère dans le contexte général « déchets » qui prévaut aujourd'hui (de manière réglementaire ou non), sans accorder aux sédiments une originalité que presque tous les producteurs de déchets pourraient revendiquer pour leurs propres déchets.

Pour soumettre ce protocole à une phase d'essai, le MEEDDM souhaite le voir appliqué sur une durée de 18 mois en concertation avec les opérateurs de chantiers de dragage et en lien avec les résultats des analyses physico-chimiques effectuées par les opérateurs sur ces mêmes échantillons. Le MEEDDM/DGPR a mandaté le BRGM pour coordonner cette étude. La présente note vise à définir les modalités de prélèvement, conditionnement et envoi des échantillons, et plus généralement le rôle des opérateurs de dragage dans cette étude.

Les questions auxquelles l'étude vise à répondre sont les suivantes :

- Les tests d'écotoxicité sélectionnés par le groupe de travail ont-ils un pouvoir discriminant ?
- Une simplification du protocole par la suppression de certains tests entraîne-t-elle une perte de pouvoir discriminant ?
- La mise en œuvre du protocole pose-t-elle des problèmes au(x) laboratoire(s) d'écotoxicologie prestataire(s) ?
- Quel est le niveau de concordance entre les résultats des tests d'écotoxicité et les analyses physico-chimiques ?
- Sur base des seuils d'interprétation, quels pourcentages et volumes de sédiments analysés seraient classés « déchets dangereux » ?

Principes de base de l'intervention des opérateurs

Les mots-clés sont volontariat, anonymat et concertation.

La démarche promue par le MEEDDM repose sur une action volontariste des opérateurs désireux de faire progresser la problématique de la gestion des sédiments contaminés, en préparation de dispositions réglementaires futures. L'acte volontaire des opérateurs implique leur prise en charge matérielle et financière des prélèvements, conditionnements et envoi au(x) laboratoire(s) d'écotoxicologie, ainsi que la mise à disposition des résultats physico-chimiques obtenus sur ces mêmes échantillons. Les frais des tests d'écotoxicité sont pris en charge par le MEEDDM, au travers de l'étude mandatée au BRGM.

L'anonymat relatif à l'origine géographique des échantillons est garanti ; les échantillons seront codés de manière à ce que seul l'opérateur connaisse la localisation précise de l'échantillonnage.

Pour garantir le succès de l'opération, la concertation est nécessaire au niveau i) du choix des sédiments qui seront soumis au protocole (afin de prendre en compte une large diversité assortie de représentativité), ii) de la fourniture par les opérateurs des résultats des analyses physico-chimiques qu'ils auront faites sur ces mêmes échantillons, et iii) du retour d'information vers les opérateurs.

Choix des échantillons

Pour atteindre l'objectif de l'étude, les sédiments analysés seront majoritairement issus de zones notoirement contaminées, avec un (ou des) dépassement(s) de N2, N1 ou S1. Un certain nombre d'échantillons non contaminés (tous paramètres < N1 ou S1) sera examiné, de manière à tester également pour les bas niveaux la concordance entre physico-chimie et écotoxicité.

Choix des périodes d'échantillonnage

Il est laissé à l'initiative des opérateurs. Les premiers échantillons pourront être adressés au(x) laboratoire(s) d'écotoxicologie à partir du 1^{er} juin. Pour tenir compte de la durée de l'étude, les derniers prélèvements devront avoir été effectués en septembre 2011. Pour permettre la planification des analyses effectuées par le(s) laboratoire(s) prestataire(s) en écotoxicologie, il est demandé aux opérateurs d'informer dès que possible le BRGM des dates prévisionnelles de mise à disposition des échantillons et du nombre de ces derniers.

Un même opérateur pourra fournir des échantillons à plusieurs reprises, un premier examen des données étant prévu fin 2010.

Échantillonnage et conditionnement

L'échantillonnage est à réaliser de la même manière, au même endroit, et si possible au même moment que celui effectué pour les analyses physico-chimiques, le but étant de lier les deux types d'analyse. Pour éviter un second échantillonnage, il faut donc prévoir la masse nécessaire pour les tests d'écotoxicité (environ 50 kg/30 L) en plus des masses classiquement prises pour la physico-chimie.

Les modalités d'échantillonnage en milieu continental se conformeront à celles décrites dans la circulaire « dragage » de VNF (VNF/SME/C-TEC/DRAG/d, mise à jour 24/11/2008). Pour les sédiments marins, les instructions de référence sont celles jointes à la circulaire n° 2000-62 du 14 juin 2000 relative aux conditions d'utilisation du référentiel de qualité des sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaires.

Les échantillons seront conditionnés dans des récipients étanches à l'air (fûts avec couvercle, joint torique et cerclage extérieur) pour éviter l'évolution du sédiment (modification de la spéciation chimique ou de la biodégradation des contaminants). Entre le prélèvement et l'envoi au laboratoire d'écotoxicologie, les échantillons seront stockés à 4-8 °C ; l'envoi se fera si possible dans un contenant avec pains de glace, mais toujours avec une livraison sous 48 h. Les coordonnées du laboratoire destinataire sont les suivantes :

Mr Barthel - Labo IPL
Rue Lucien Cuénot
Site Saint Jacques II
54320 Maxéville
yves.barthel@ipl-groupe.fr
tél. : 03 83 50 36 65

L'opérateur informera le BRGM de chaque envoi, de manière à déclencher la commande par le BRGM des tests d'écotoxicité à effectuer, et le paiement ultérieur de la facture par le BRGM.

Données physico-chimiques : nature et mise à disposition

Les paramètres physico-chimiques analysés sont au minimum la granulométrie (dont la fraction < 63 µm), les éléments traces métalliques et métalloïdes, dont le tributyl étain pour les sédiments marins, les 7 PCBs indicateurs, les 16 HAPs de la liste EPA, les teneurs en aluminium et carbone organique total, ainsi que le pH et le Eh. La spéciation de l'étain est la bienvenue, mais pas nécessaire. Toutes les analyses supplémentaires (pesticides, produits pharmaceutiques, formes du soufre et de l'azote...) susceptibles d'aider à l'interprétation des résultats qui seront obtenus en écotoxicité sont les bienvenues

Les opérateurs communiqueront au BRGM les résultats des analyses physico-chimiques dès que ceux-ci seront disponibles, avec le code identifiant correspondant à l'échantillon destiné à l'écotoxicologie. L'environnement informatique pour ces échanges de données sera Windows Office 2003 autant que possible, ou à défaut des formats directement compatibles avec la suite Office 2003.

Retour d'information vers les opérateurs

Le BRGM enverra aux opérateurs les résultats des tests d'écotoxicité réalisés. Le rapport de synthèse rédigé à la fin de l'étude par le BRGM sera envoyé à tous les opérateurs ayant participé.

Métadonnées

Tout en veillant à l'anonymat, il sera utile que les renseignements généraux relatifs à l'opération de dragage (dont volumes ou tonnages concernés) soient compilés par les opérateurs, selon leurs pratiques habituelles.



Centre scientifique et technique
Direction eau, environnement et écotechnologies
3, avenue Claude-Guillemin
BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34
www.brgm.fr