



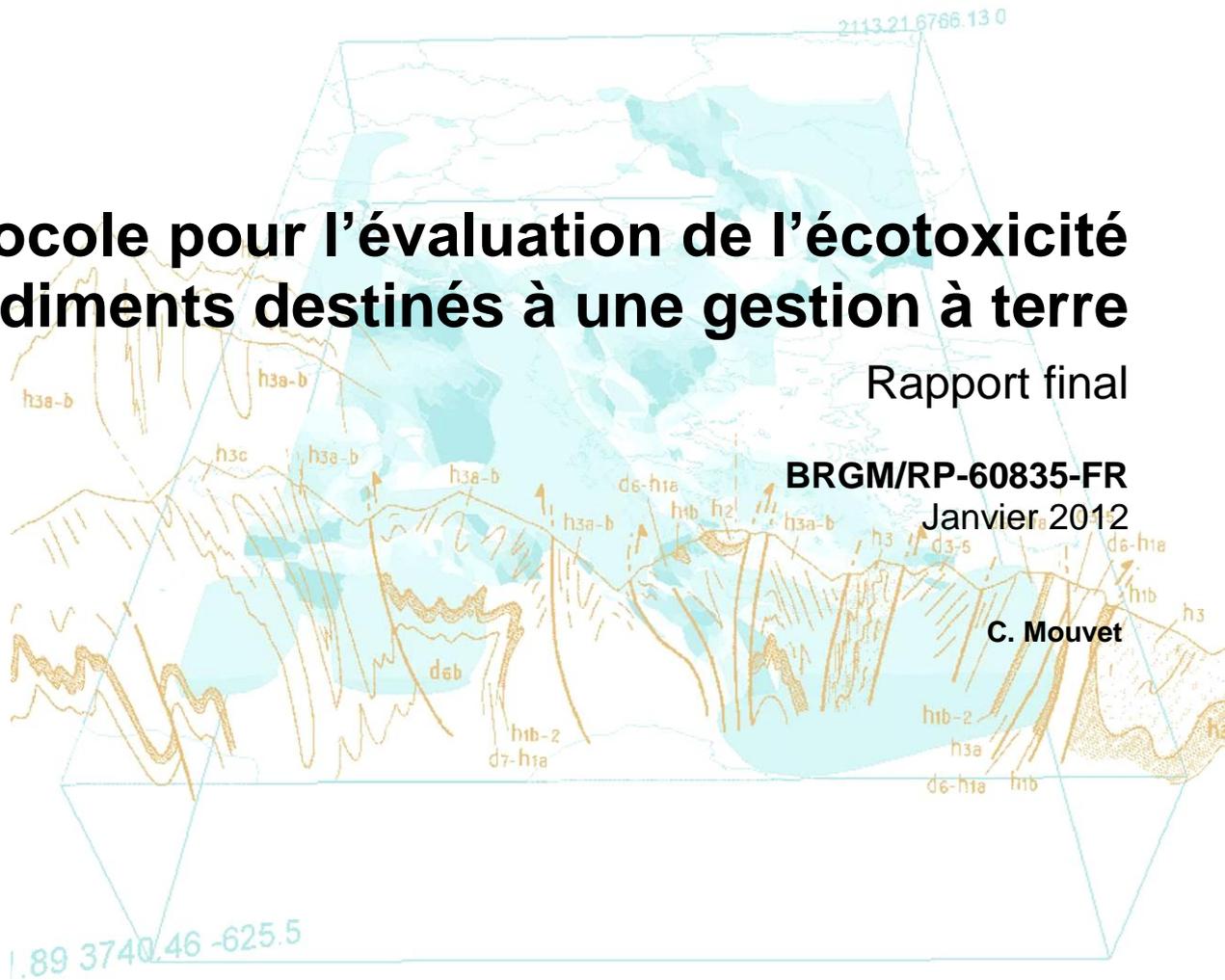
Protocole pour l'évaluation de l'écotoxicité de sédiments destinés à une gestion à terre

Rapport final

BRGM/RP-60835-FR

Janvier 2012

C. Mouvet



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Étude réalisée dans le cadre des opérations de Service public du BRGM, convention n° SU0006504 2008-2009.

Ce document a été vérifié par : H. GABORIAU date : 15/02/2012

Approbateur :

Nom : P. Piantone

Date : 15/02/2012

Signature :

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

Mots clés : Écotoxicité, Sédiments.

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

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.

Synthèse

Dans le cadre des opérations de Service public du BRGM, la convention n° SU0006504 2008-2009 passée avec le MEEDDM/DGPR/SPNQE/BPED comprenait une action « Sédiments, groupe de réflexion usage et gestion » dont l'objectif était d'aboutir à un protocole pour l'évaluation de l'écotoxicologie (critère H14) de sédiments destinés à une gestion à terre. Pour atteindre cet objectif, le Ministère a constitué et piloté le groupe de travail (GT) « dangerosité des sédiments » associant le CETMEF, l'INERIS, le CEMAGREF, l'IFREMER et le BRGM (co-animateur du GT) comme partenaires scientifiques, et diverses parties prenantes, Voies Navigables de France, Port Autonome de Paris, Grand Port Maritime de Nantes, EDF, groupe GEODE.

Les travaux du GT ont abouti à un protocole unique applicable aux sédiments marins et continentaux. Le facteur déclenchant l'application de ce protocole est le dépassement de la valeur seuil S1 pour au moins un des paramètres chimiques de l'arrêté du 9 août 2006. Le choix des essais biologiques a été guidé par leur caractère standardisé, par des travaux antérieurs réalisés sur les sédiments (e.g. projet SEDIMARD 83), et par un souci d'harmonisation avec les essais couramment utilisés dans l'évaluation de l'écotoxicité des déchets.

Les sédiments, après tamisage à 4 mm, sont soumis à une centrifugation destinée à éliminer une partie de l'eau interstitielle salée qui entraînerait, vis-à-vis des plantes terrestres, une écotoxicité liée aux chlorures qui ne sont pas inclus dans la liste européenne des substances dangereuses. Un essai d'écotoxicité aigüe (*Vibrio fischeri*) est réalisé sur l'eau interstitielle récupérée par la centrifugation, afin de guider les modalités de gestion de ces eaux lors d'un éventuel dépôt à terre.

Le lixiviat de sédiment centrifugé obtenu dans un rapport L/S de 10/1 est utilisé pour deux essais biologiques de toxicité aigüe (*Vibrio fischeri* et *Daphnia magna*), puis pour un essai de toxicité chronique (*Brachionus calyciflorus*). Si un de ces trois essais montre un effet écotoxique qui dépasse la valeur seuil (les valeurs seuils ont été reprises de travaux antérieurs), aucun autre essai n'est réalisé et le sédiment est déclaré écotoxique (donc déchet dangereux s'il est déplacé de son milieu d'origine pour une gestion à terre). Si aucun de ces trois essais ne montre d'écotoxicité, des essais sur végétaux terrestres sont effectués sur la matrice solide du sédiment.

La matrice solide obtenue après centrifugation est testée quant à son effet sur la germination et la croissance de deux végétaux, une monocotylédone, *Avena sativa*, et une dicotylédone, *Brassica napus*, donc quatre paramètres. Le sédiment est classé « non écotoxique » si aucun des quatre paramètres ne dépasse la valeur seuil.

Outre le détail du protocole, le présent rapport résume les principaux arguments pris en compte par les membres du GT pour aboutir à un consensus.

Ce travail préfigure une étude de mise en œuvre à l'échelle nationale du protocole ici établi, pour en valider la robustesse et la fiabilité et en estimer les implications en termes de gestion à terre des sédiments.

Sommaire

1. Introduction	5
2. Composition et fonctionnement du groupe de travail « dangerosité des sédiments »	5
3. Protocole proposé par le groupe de travail pour l'évaluation, sur base du critère H14, du caractère de déchet dangereux ou non-dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre	6
3.1. PRINCIPES DE BASE DU PROTOCOLE	6
3.2. FACTEUR DÉCLENCHANT LA MISE EN ŒUVRE DU PROTOCOLE H14 POUR LES SÉDIMENTS.....	8
3.3. ÉCHANTILLONNAGE DES SÉDIMENTS DESTINÉS À L'APPLICATION DU PROTOCOLE H14	9
3.4. COMMENT GÉRER LA PRÉSENCE D'EAU SALÉE DANS LES SÉDIMENTS MARINS ET ÉTUDIER DE LA MANIÈRE LA PLUS SEMBLABLE POSSIBLE L'ÉCOTOXICITÉ DES SÉDIMENTS MARINS ET CONTINENTAUX ?	9
3.5. COMMENT SÉPARER L'EAU INTERSTITIELLE DE LA MATRICE SOLIDE ?	10
3.6. CHOIX DES ESSAIS AIGUS SUR ÉLUATS.....	10
3.7. CHOIX DES ESSAIS CHRONIQUES SUR ÉLUATS.....	11
3.8. CHOIX DE L'ESSAI AIGU SUR SÉDIMENT « BRUT »	11
3.9. CHOIX DES VALEURS SEUILS DES ESSAIS D'ÉCOTOXICITÉ	12
4. Conclusion	12
5. Bibliographie	13

Liste des illustrations

Illustration 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).....	7
Illustration 2 - Rappel des valeurs seuils de l'arrêté du 9 août 2006.	8

1. Introduction

En France, en moyenne 6 millions de m³ de sédiments (dont environ 1,6 millions de m³ provenant du domanial) sont extraits chaque année des 525 000 kilomètres de cours d'eau (dont un peu plus de 7 000 kilomètres domaniaux), soit à l'occasion de travaux liés à la navigation, soit à la suite des travaux d'entretien (au sens des articles L215-14 et 15 du Code de l'Environnement). Une problématique identique se pose au niveau de nombreux ports et estuaires qui nécessitent ou nécessiteraient des dragages suite à l'augmentation du tirant d'eau des bateaux et à l'enlèvement des infrastructures (50 millions de m³ de sédiments dragués chaque année ; Le Grenelle de la Mer, 2011).

Le caractère de déchets dangereux ou non-dangereux des sédiments extraits de leur milieu d'origine est un point fondamental pour en déterminer le mode de gestion. 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). Il est donc important de disposer d'un outil d'aide à la décision permettant de déterminer si des sédiments destinés à une gestion à terre sont classés comme déchets dangereux ou non-dangereux.

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.*

Le ministère de l'Environnement a voulu connaître les modalités selon lesquelles pouvait être déterminée, en ce qui concerne le critère H14, la dangerosité éventuelle des sédiments destinés à une gestion à terre. Pour atteindre cet objectif, le Ministère a constitué et piloté le groupe de travail « dangerosité des sédiments » dont le résultat des travaux fait l'objet de ce rapport.

Le travail mené dans le GT, à partir de dire d'experts et de données bibliographiques, préfigure une étude de mise en œuvre à l'échelle nationale du protocole ici établi pour en valider la robustesse et la fiabilité et en estimer les implications en termes de gestion à terre des sédiments.

2. Composition et fonctionnement du groupe de travail « dangerosité des sédiments »

Le groupe de travail (GT), piloté par le Ministère (DGPR) a associé le CETMEF, l'INERIS, le CEMAGREF, l'IFREMER et le BRGM (co-animateur du GT) comme partenaires scientifiques, et diverses parties prenantes, Voies Navigables de France, Port Autonome de Paris, Grand Port Maritime de Nantes, EDF, groupe GEODE.

Une série de réunions ont été tenues pour clarifier les objectifs et aboutir au plus large consensus possible entre tous les participants. Le protocole proposé par les experts

écotoxicologues a été soumis pour avis à l'ensemble des membres du GT, et leurs remarques prises en compte. De nombreux échanges avec M. Babut (CEMAGREF), P. Pandard (INERIS) et C. Bazin (POLDEN) ont contribué largement au travail présenté ici.

3. Protocole proposé par le groupe de travail pour l'évaluation, sur base du critère H14, du caractère de déchet dangereux ou non-dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre

La volonté du MEEDDM était que le protocole « sédiments » s'insère dans le contexte général « déchets » qui prévaut de manière réglementaire ou non, sans accorder aux sédiments une originalité que presque tous les producteurs de déchets pourraient revendiquer pour leurs problématiques spécifiques.

À partir de ce postulat, la proposition a été de suivre les principes de base du protocole « déchet » issu des travaux de POLDEN en 1994 (Méhu *et al.*, 1994) et de l'INERIS de 1998 optimisé en 2000 (INERIS, 2000) et 2006 (Pandard *et al.*, 2006), à savoir :

- prise en compte de la toxicité de l'éluat (toxicité aiguë et toxicité chronique) ;
- prise en compte de la toxicité de la matrice brute (toxicité aiguë et sublétales).

Le choix des essais d'écotoxicité s'est inspiré notamment des travaux du projet SEDIMARD-83 (Bazin, 2008) et des réflexions menées au sein du groupe d'experts scientifiques qui ont accompagné ce projet. La littérature scientifique récente disponible sur le sujet a également été prise en compte (Pandard *et al.*, 2006 ; Römbke *et al.*, 2009).

Les travaux menés au sein du groupe de travail « dangerosité des sédiments » ont abouti au protocole illustré à la figure 1. Les principales questions débattues lors de la genèse de ce protocole consensuel sont exposées dans les sections 3.1 à 3.8.

3.1. PRINCIPES DE BASE DU PROTOCOLE

Basés sur des travaux menés essentiellement en France et Allemagne et validés par la littérature scientifique (Hund-Rinke *et al.*, 2002 ; Pandard *et al.*, 2006 ; Römbke *et al.*, 2009), les paradigmes suivants recueillent un large consensus pour l'évaluation de la dangerosité des déchets au sens du critère H14 et ont été appliqués au protocole présenté ici :

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 que un des essais biologiques montre une écotoxicité dépassant une valeur seuil (toutefois, 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.

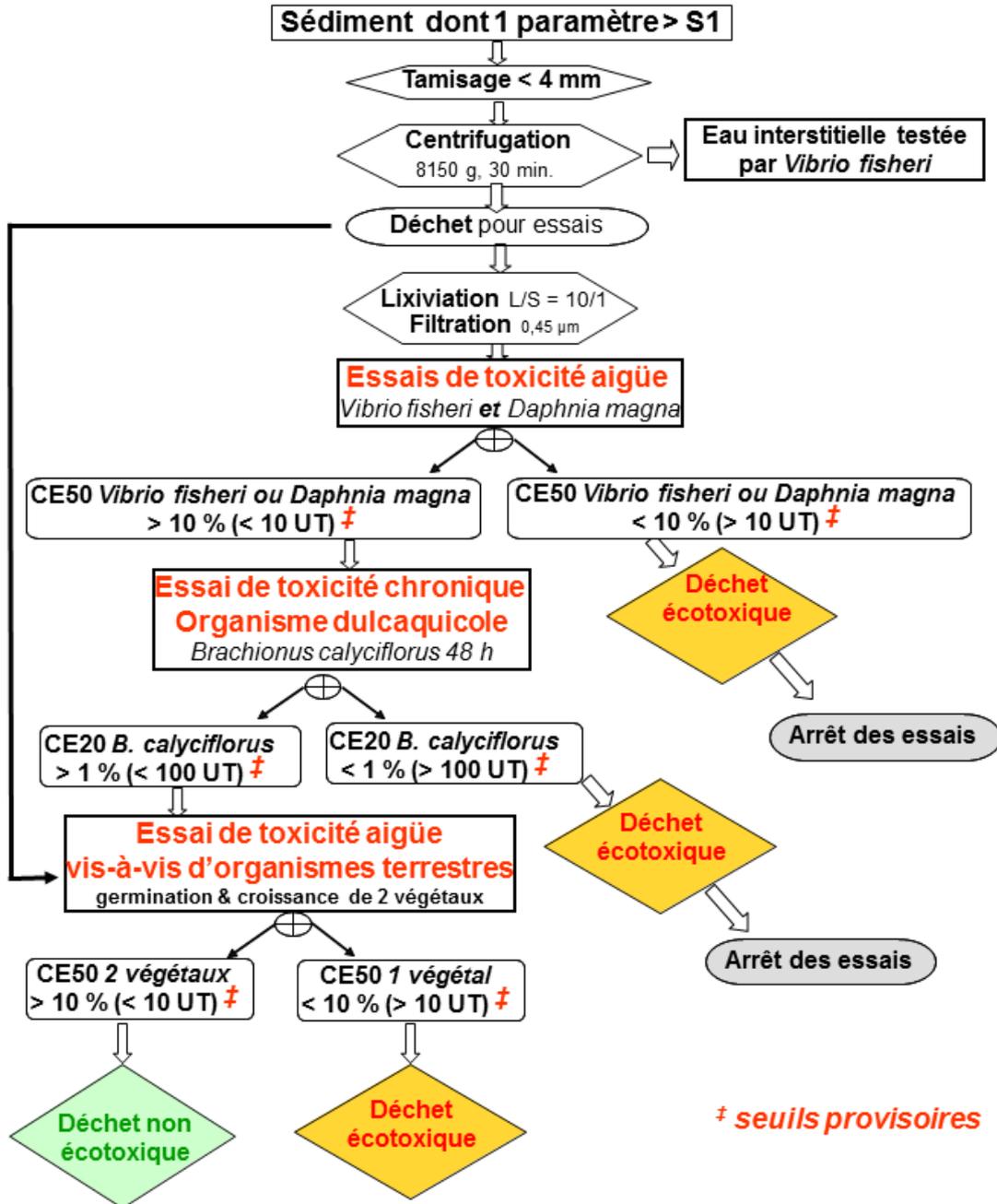


Illustration 1 - Protocole établi par le groupe de travail « dangerosité des sédiments » du MEEDDM pour la mesure de l'écotoxicité (paramètre H14) des sédiments marins et continentaux destinés à une gestion à terre (1^{er} octobre 2009).

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.

Par ailleurs, la structure logique/décisionnelle du protocole est en phase avec les travaux menés fin 2011 au niveau européen pour une harmonisation de la stratégie d'évaluation du critère H14 pour les déchets.

3.2. FACTEUR DÉCLENCHANT LA MISE EN ŒUVRE DU PROTOCOLE H14 POUR LES SÉDIMENTS

Le protocole H14 de la figure 1 sera mis en œuvre pour tous les sédiments dont les analyses chimiques sur la fraction < 2 mm dépassent un des seuils réglementaires du niveau S1 de l'arrêté du 9 août 2006 (ill. 2 ; Journal Officiel de la République Française, 2006). La valeur seuil (0,68 mg/kg) du paramètre « PCBs totaux » correspond à la somme des concentrations des 7 PCBs indicateurs : PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153, PCB 180. La valeur seuil (22,8 mg/kg) du paramètre « HAP totaux » correspond à la somme des concentrations des 16 HAP de la liste US EPA : naphthalène, acénaphthylène, fluorène, acénaphthène, anthracène, phénanthrène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, indéno-pyrène, dibenzo(a)anthracène, benzo(ghi)pérylène.

Paramètre	Niveau N1 (mg/kg) Sédiments marins/estuariens	Niveau N2 (mg/kg) Sédiments marins/estuariens	Niveau S1 (mg/kg) Sédiments de cours d'eau/canaux
As	25	50	30
Cd	1,2	2,4	2
Cr	90	180	150
Cu	45	90	100
Hg	0,4	0,8	1
Ni	37	74	50
Pb	100	200	100
Zn	276	552	300
PCBs totaux	0,500	1,00	0,680
PCB 28	0,025	0,05	<i>pas de seuil</i>
PCB 52	0,025	0,05	<i>pas de seuil</i>
PCB 101	0,050	0,10	<i>pas de seuil</i>
PCB 118	0,025	0,05	<i>pas de seuil</i>
PCB 138	0,050	0,10	<i>pas de seuil</i>
PCB 153	0,050	0,10	<i>pas de seuil</i>
PCB 180	0,050	0,10	<i>pas de seuil</i>
Σ 16 HAP US EPA[‡]	<i>pas de seuil</i>	<i>pas de seuil</i>	22,8

[‡] 16 HAP de la liste US EPA : naphthalène, acénaphthylène, fluorène, acénaphthène, anthracène, phénanthrène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, indéno-pyrène, dibenzo(a)anthracène, benzo(ghi)pérylène.

Illustration 2 - Rappel des valeurs seuils de l'arrêté du 9 août 2006.

Les discussions du 20 juillet 2009 entre le MEEDDM, M. Babut, P. Pandard et C. Mouvet avaient abouti à la proposition du niveau S1 pour les sédiments continentaux, et du niveau N1 pour les sédiments marins. Les remarques faites ultérieurement par les autres membres du GT ont abouti au choix du référentiel unique S1, choix étayé par les arguments suivants :

- un même référentiel pour tous les sédiments, marins et continentaux ;

- pour les sédiments marins, l'usage de S1 évite d'associer une image de dangerosité potentielle à des sédiments qui dépassent N1 et dont la destination finale en application de l'arrêté n'est pas obligatoirement la gestion à terre, gestion pour laquelle le protocole écotoxicologique a été conçu ;
- S1 fait référence à des valeurs plutôt déterminées sur base écotoxicologique, alors que N1 et N2 résultent principalement de traitement statistique de données physico-chimiques.

En ce qui concerne les différences de paramètres pris en compte dans les valeurs seuils N1 et S1, l'analyse faite par le MEEDDM et le BRGM en 2009 était la suivante :

- l'obligation pour les sédiments marins de procéder à des mesures de HAP n'est qu'une anticipation des réglementations futures probables ;
- pour les sédiments continentaux, la non prise en compte du tributylétain (TBT) est liée : i) au manque actuel de données sur l'ampleur de la problématique dans ce milieu, ii) à l'absence de seuil « continental » approprié, et iii) au souhait d'optimiser la procédure et le coût total de l'évaluation de dangerosité.

Le bien-fondé de l'approche basée sur le dépassement d'une valeur seuil comme facteur déclenchant la mise en œuvre d'essais d'écotoxicité est notamment étayé par le retour d'expérience des Voies Navigables de France (VNF). Les essais d'écotoxicité *Brachionus* (AFNOR, 2009 a) effectués par VNF sur les lixiviats (L/S = 10/1) de sédiments pollués sont systématiquement négatifs lorsque l'indice QSm < 0,5 (voir définition de QSm dans la référence VNF 2008, p. 10 ; QSm = 0,5 signifie que la concentration observée pour les n paramètres pris en compte est en moyenne égale à la moitié de la valeur seuil S1 de chaque paramètre ; au maximum, les n paramètres sont les 8 métaux/métalloïdes, les PCBs totaux et les HAP totaux). VNF (C. Pérard-Albin, communication personnelle, 3 avril 2009) envisage une révision du seuil de déclenchement de cet essai visant à ne le réaliser que pour QSm > 0,5. Les données mises à disposition par VNF montrent que la plupart des cas où QSm > 0,5 correspondent à des sédiments dont au moins un paramètre du tableau 1 dépasse la valeur seuil.

3.3. ÉCHANTILLONNAGE DES SÉDIMENTS DESTINÉS À L'APPLICATION DU PROTOCOLE H14

Le nombre d'échantillons susceptibles d'être soumis au protocole H14 (« susceptibles » seulement car ils ne seront soumis au protocole H14 que si au moins un paramètre > S1) varie selon l'ampleur de l'opération de dragage concernée. Les valeurs de référence sont celles de la circulaire du 14 juin 2000 pour les sédiments marins (MATE, 2000), et celui inclus dans la « Circulaire technique – Opération de dragage » (VNF, 2008) pour les sédiments continentaux.

3.4. COMMENT GÉRER LA PRÉSENCE D'EAU SALÉE DANS LES SÉDIMENTS MARINS ET ÉTUDIER DE LA MANIÈRE LA PLUS SEMBLABLE POSSIBLE L'ÉCOTOXICITÉ DES SÉDIMENTS MARINS ET CONTINENTAUX ?

Évaluer l'écotoxicité de sédiments marins destinés à une éventuelle gestion à terre pose le problème de leur salinité naturelle (et non dangereuse au sens de la Directive « Substances dangereuses », Commission européenne, 2009) qui peut engendrer une

toxicité sur les essais terrestres de germination et croissance végétale. Par ailleurs, on manque, en eau marine, d'essai chronique standardisé, robuste et maîtrisé par un nombre suffisant de laboratoires prestataires potentiels. Or l'évaluation « classique » de l'écotoxicité des déchets (e.g. Pandard *et al.*, 2006) nécessite un essai chronique sur éluat, qui sera salé s'il est obtenu à partir du sédiment marin brut. Il faut donc diminuer la salinité naturelle du sédiment avant l'essai chronique sur éluat et l'essai aigu sur le déchet brut. Cette phase d'élimination d'eau interstitielle (EI) présente un intérêt supplémentaire : elle permet d'appliquer exactement la même batterie d'essais aux sédiments marins et continentaux.

Dans le protocole d'évaluation de l'écotoxicité, la séparation de l'EI correspond également à une réalité opérationnelle. Pour réduire les masses transportées et permettre des manipulations telles que le pelletage, les opérateurs enlèveront au moins une partie de l'EI du sédiment avant son transport vers la zone de dépôt ou de traitement éventuel. Il appartiendra aux opérateurs de gérer cette eau selon la réglementation appropriée ; l'écotoxicité potentielle de cette EI sera donc bien prise en compte. Afin de juger de l'éventuelle écotoxicité aiguë de l'EI, l'essai d'inhibition de la luminescence de *Vibrio fischeri* (AFNOR, 2009 b à d) utilisable aussi bien pour les eaux douces que les eaux salées sera appliqué à toute une palette de sédiments pendant la phase de validation du protocole MEEDDM 2009.

3.5. COMMENT SÉPARER L'EAU INTERSTITIELLE DE LA MATRICE SOLIDE ?

Pour générer le matériau destiné aux essais d'écotoxicité, la centrifugation est particulièrement appropriée car elle peut être standardisée. Les travaux de SEDIMARD-83 montrent qu'une accélération de 8 150 g (atteinte par du matériel de laboratoire assez classique) pendant 30 minutes permet de réduire fortement la teneur en eau des sédiments (C. Bazin, communication personnelle ; voir aussi Bazin, 2008). Les résultats fournis suite à l'application du protocole devront inclure la siccité initiale et après centrifugation du sédiment testé, la procédure utilisée pour atteindre cette siccité, et, pour les sédiments marins, la conductivité de l'éluat (rapport L/S = 10) indicatrice de l'effet écotoxique éventuel sur les plantes terrestres lié à la seule salinité résiduelle.

3.6. CHOIX DES ESSAIS AIGUS SUR ÉLUATS

Les deux essais normalisés sur éluats pour lesquels on dispose du plus fort retour d'expérience dans le monde des déchets sont l'essai d'inhibition de la luminescence de *Vibrio fischeri* (AFNOR, 2009 b à d) et l'essai d'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* (AFNOR, 1996). Les résultats de SEDIMARD-83 (Bazin, 2008) n'ont montré aucune réponse de ces deux essais appliqués à des sédiments portuaires fortement contaminés. Cette absence de réponse écotoxicologique d'une part, et le nombre d'échantillons testés assez restreint (10), ne permettent pas de privilégier l'un ou l'autre de ces essais. Par ailleurs, d'autres retours d'expérience (principalement sur les effluents) montrent que ces deux essais peuvent avoir une complémentarité dans leur caractère discriminant. De plus, le groupe de travail « dangerosité des sédiments » souhaitait enrichir la base de données sur ces essais aigus, tant en milieu marin que continental. Enfin, par rapport aux résultats de SEDIMARD-83, il est possible que la typologie (spéciation différente des contaminants, rapports de concentrations entre contaminants, nature même des contaminants) ou le niveau de contamination (potentiellement plus élevé) des sédiments continentaux entraîne un effet aigu sur

éluat. Pendant la phase de validation (mise en place entre octobre 2010 et juin 2012) du protocole MEEDDM 2009, les essais d'inhibition de la luminescence de *Vibrio fischeri* et d'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* seront donc appliqués tous les deux. Ces deux essais ont d'ailleurs été 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), et l'essai *Vibrio fischeri* fait partie des trois essais sélectionnés sur la base d'une approche efficacité/coût (Pandard *et al.*, 2006).

3.7. CHOIX DES ESSAIS CHRONIQUES SUR ÉLUATS

Deux essais chroniques couramment utilisés dans la gestion des déchets ont été comparés sur des sédiments portuaires par le projet SEDIMARD-83 : l'essai algue *Pseudokirchneriella subcapitata* et l'essai rotifère *Brachionus calyciflorus*. Parmi les 5 échantillons étudiés, 2 montrent une certaine écotoxicité, inférieure toutefois à 10 unités toxiques. Dans 1 des 2 cas, la sensibilité de l'essai rotifère est supérieure à celle de l'essai algues. Par ailleurs, VNF utilise *Brachionus* depuis plusieurs années dans la caractérisation des sédiments d'eau douces. C'est donc l'essai rotifère *Brachionus calyciflorus* (AFNOR, 2009 a) qui est retenu dans le protocole MEEDDM 2009. Une attention particulière devra être portée au respect des conditions de température auxquelles s'effectue l'essai, des retours d'expérience ayant mis en évidence l'influence de ce paramètre sur les résultats. Les effets potentiels de substances telles que l'ammoniaque ne sont pas spécifiques à l'essai *Brachionus*.

Une étude (Pandard *et al.*, 2006) a comparé de manière statistique le pouvoir discriminant de 3 essais biologiques terrestres et 3 aquatiques appliqués à toute une gamme de déchets industriels (aucun sédiment n'était toutefois inclus). Le meilleur compromis efficacité/coût inclut un essai de toxicité chronique de l'éluat mesurée par l'inhibition de la reproduction d'un micro-crustacé, *Ceriodaphnia dubia*. Cet essai nécessite, par rapport à l'essai *Brachionus*, un plus grand volume d'éluat, et est plus long et plus coûteux. C'est la raison pour laquelle l'essai *Brachionus* a été retenu dans le protocole présenté ici.

3.8. CHOIX DE L'ESSAI AIGU SUR SÉDIMENT « BRUT »

Les végétaux terrestres et la faune des sols peuvent éventuellement subir des impacts du stockage à terre des sédiments. Ces organismes vivants, dicotylédones et monocotylédones pour les végétaux, vers de terre par exemple pour la partie animale, sont classiquement inclus dans les batteries d'essais d'écotoxicité appliqués aux déchets (Pandard, 2006 ; Römbke *et al.*, 2009).

Dans le cas des sédiments portuaires, les résultats de SEDIMARD-83 montrent que les essais végétaux *Brassica napus* (colza) et *Avena sativa* (avoine) mis en oeuvre selon la norme ISO 11269-2 (AFNOR, 2006) sont plus sensibles que les essais avec le ver de terre *Eisenia fetida* mis en oeuvre selon la norme ISO 11268-1 (AFNOR, 1993). Dans la mesure où les échantillons de SEDIMARD-83 ont été testés après élimination de la matrice salée, on peut penser que cette différence de sensibilité s'observerait également avec des sédiments continentaux. De plus, la plus faible sensibilité de l'essai de mortalité du ver de terre a également été démontrée dans de nombreuses séries d'essais sur déchets (Moser & Römbke, 2009 ; Pandard *et al.*, 2006 ; Römbke *et al.*, 2009). C'est donc l'essai « plantes » (AFNOR, 2006) qui est retenu pour la phase de validation du protocole MEEDDM 2009. L'essai chironomes n'est pas retenu, car il est plutôt approprié à l'évaluation de l'écotoxicité des sédiments en place. L'emploi

d'un essai plante est également en phase avec les conclusions de l'étude ayant cherché à concilier efficacité maximale et coût minimum (Pandard *et al.*, 2006).

3.9. CHOIX DES VALEURS SEUILS DES ESSAIS D'ÉCOTOXICITÉ

En l'absence de données réglementaires relatives aux valeurs seuils des essais d'écotoxicité appliqués aux déchets, les seuils proposés dans le protocole « H14 sédiments MEEDDM 2009 » sont ceux couramment utilisés dans le domaine des déchets (Méhu *et al.*, 1994 ; Pandard *et al.*, 2006). Il n'y a en effet pas lieu de prendre des seuils différents de ceux relatifs aux autres déchets. Le fait de prendre ces seuils n'implique pas qu'ils soient considérés comme particulièrement appropriés ou indiscutables. Après une phase de validation du protocole, un retour d'expérience sera réalisé pour juger du bien-fondé de ces valeurs seuils. Toutefois, s'il faut revoir les seuils, le travail de révision ne pourra porter que sur les seuils de classement dangereux/non dangereux des déchets en général, et non sur ceux des seuls sédiments.

4. Conclusion

L'évaluation de l'écotoxicité de sédiments marins ou terrestres destinés à une gestion à terre est une nécessité imposée par la réglementation européenne. Cette évaluation nécessitait un protocole consensuel établi suite à une large concertation. Le groupe de travail « dangerosité des sédiments » mis en place par le MEEDDM en 2008 a permis d'aboutir à un tel protocole, basé sur quelques compromis mais aucune compromission.

Les sédiments, après tamisage à 4 mm, sont soumis à une centrifugation destinée à éliminer une partie de l'eau interstitielle salée qui entraînerait, vis-à-vis des plantes terrestres, une écotoxicité liée aux chlorures qui ne sont pas inclus dans la liste européenne des substances dangereuses. Un essai d'écotoxicité aiguë (*Vibrio fischeri*) est réalisé sur l'eau interstitielle récupérée par la centrifugation, afin de guider les modalités de gestion de ces eaux lors d'un éventuel dépôt à terre.

Le lixiviat de sédiment centrifugé obtenu dans un rapport L/S de 10/1 est utilisé pour deux essais biologiques de toxicité aiguë (*Vibrio fischeri* et *Daphnia magna*), puis pour un essai de toxicité chronique (*Brachionus calyciflorus*). Si un de ces trois essais montre un effet écotoxique qui dépasse la valeur seuil (les valeurs seuils ont été reprises de travaux antérieurs), aucun autre essai n'est réalisé et le sédiment est déclaré écotoxique (donc déchet dangereux s'il est déplacé de son milieu d'origine pour une gestion à terre). Si aucun de ces trois essais ne montre d'écotoxicité, des essais sur végétaux terrestres sont effectués sur la matrice solide du sédiment.

La matrice solide obtenue après centrifugation est testée quant à son effet sur la germination et la croissance de deux végétaux, une monocotylédone, *Avena sativa*, et une dicotylédone, *Brassica napus*, donc quatre paramètres. Le sédiment est classé « non écotoxique » si aucun des quatre paramètres ne dépasse la valeur seuil.

La faisabilité de l'application d'une approche de caractérisation écotoxicologique des déchets a été démontrée dans un exercice impliquant 60 équipes de 15 pays

européens, 3 types de déchets, et une batterie de base de 6 (Moser *et al.*, 2011). La même conclusion avait été tirée par d'autres travaux (Hund-Rinke *et al.*, 2002).

Pour vérifier la faisabilité opérationnelle de la mise en œuvre pour les sédiments du protocole H14 décrit dans ce rapport, une étude coordonnée par le BRGM au nom du MEDDTL/DGPR a été lancée en 2010 et se clôturera par un rapport en juin 2012. L'étude fédère des opérateurs marins et continentaux qui ont fourni un total de 72 sédiments. Au-delà de l'analyse de faisabilité technique, cette étude donnera des informations sur les implications de la mise en œuvre du protocole H14 dans la gestion à terre des sédiments.

5. Bibliographie

AFNOR (1993) - Soil quality. Effects of pollutants on earthworms (*Eisenia fetida*). Part 1: determination of acute toxicity using artificial soil substrate. ISO 11268-1. 12 p.

AFNOR (1996) - Water quality - Determination of the inhibition of the mobility of *Daphnia magna* Straus (Cladocera, Crustacea) - Acute toxicity test. AFNOR 6341. 12 p.

AFNOR (2006) - Soil quality – Determination of the Effects of Pollutants on Soil Flora. Part II: Effects of Chemicals on the Emergence and Growth of Higher Plants. AFNOR 11269-2. 11 p.

AFNOR (2009 a) - Determination of the chronic toxicity to *Brachionus calyciflorus* in 48 h. AFNOR 20666. 16 p.

AFNOR (2009 b) - Water quality – Determination of the inhibitory effect on the light emission of *Vibrio fischeri* (Luminescent bacteria test). Part 1: Method using freshly prepared bacteria. 11348-1. 31 p.

AFNOR (2009 c) - Water quality – Determination of the inhibitory effect on the light emission of *Vibrio fischeri* (Luminescent bacteria test). Part 2: Method using liquid-dried bacteria. 11348-2. 29 pp.

AFNOR (2009 d) - Water quality – Determination of the inhibitory effect on the light emission of *Vibrio fischeri* (Luminescent bacteria test). Part 3: Method using freeze-dried bacteria. 11348-3. 29 p.

Bazin C. (2008) - Mission 1 & Missions 6, 7, 8, 9, 10c. Evaluation 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.

Commission européenne (2009) - Directive 2009/2/EC de la Commission du 15 janvier 2009 portant trente et unième adaptation au progrès technique de la directive 67/548/CEE du Conseil concernant le rapprochement des dispositions législatives, réglementaires et administratives relatives à la classification, l'emballage et l'étiquetage des substances dangereuses. Journal officiel de l'Union européenne, L 11/16, 16/01/2009, <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2009:011:0006:0082:FR:PDF>. Page Web visitée le 2 février 2012.

Hund-Rinke K., Kördel W., Hennecke D., Eisenträger A. and Heiden S. (2002) - Bioassays for the Ecotoxicological and Genotoxicological Assessment of Contaminated Soils (Results of a Round Robin Test). *J Soils & Sediments* 2 (1) p. 43-50.

INERIS (Pandard P.) (2000) - Évaluation de l'écotoxicité des déchets. Synthèse des résultats obtenus. Propositions de seuils de classement. Optimisation de la batterie de bioessais. Rapport intermédiaire. 35 p.

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.

Le Grenelle de la mer (2011) - «Sédiments de dragage». Groupe n° 11. Rapport final. 37 p. <http://www.legrenelle-environnement.gouv.fr/IMG/pdf/G11.pdf>. Page Web visitée le 10 février 2012.

MATE (2000) - Circulaire no 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 portuaire défini par l'arrêté interministériel.

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). pp. 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.

Moser H. & Römbke J. (2009) - Ecotoxicological characterisation of waste - Results and experiences of an European ring test. Springer Ltd., New York. 308 p.

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

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

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.

VNF (2008) - Direction technique des infrastructures et de l'environnement. Série « Outils ». Circulaire technique – Opération de dragage. VNF/SME/C-TEC/DRAG/d. 23 p.



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Centre scientifique et technique

Service environnement industriel et procédés innovants

3, avenue Claude-Guillemin

BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34