

# **Dragages d'entretien pluriannuel du fleuve Maravenne (bassin 3) et du bassin 4 du port Maravenne**

## **Annexe 8**

**Rapport qualité des matériaux Maravenne 2022**



## **Qualité des matériaux**

### **Port Maravenne**

## **LA LONDE LES MAURES**

Version V2  
Août 2022

Pierre REBOUILLON – Expert-Conseil en Environnement  
1, boulevard GILLY 13010 Marseille  
SIRET : 421 008 988 00048

## 1. Introduction

Dans le cadre du dragage d'entretien projeté, afin de permettre contrôler la qualité des matériaux dans le port Maravenne et la portion du lit du fleuve au contact avec la mer des prélèvements et des analyses ont été réalisés le 18 février 2022.

Le présent document vise dans un premier temps à caractériser la qualité physico-chimique des sédiments bruts et des lixiviats pour positionner le projet dans le cadre du Code de l'Environnement et du devenir des matériaux qui sont extraits. Et ensuite de projeter plusieurs scénarii pour les dragages nécessaires pour la bonne exploitation du port.

## 2. Plan d'échantillonnage et prélèvements

Les prélèvements ont été réalisés à l'aide d'un carottier à lame pour collecter les cinquante premiers centimètres des matériaux meubles. Nous indiquons que les prélèvements dans le Maravenne (échantillon 4) ont été faits par plongeur (horizon 0-30cm) en raison de la compacité du fond qui rendait le carottier à lame inefficace. Les échantillons ont été conditionnés dans des flacons fournis par le laboratoire d'analyses (EUROFINS).



*Photographies 1 : Exemples de carottes dans le port Maravenne*

## Plans d'échantillonnage :

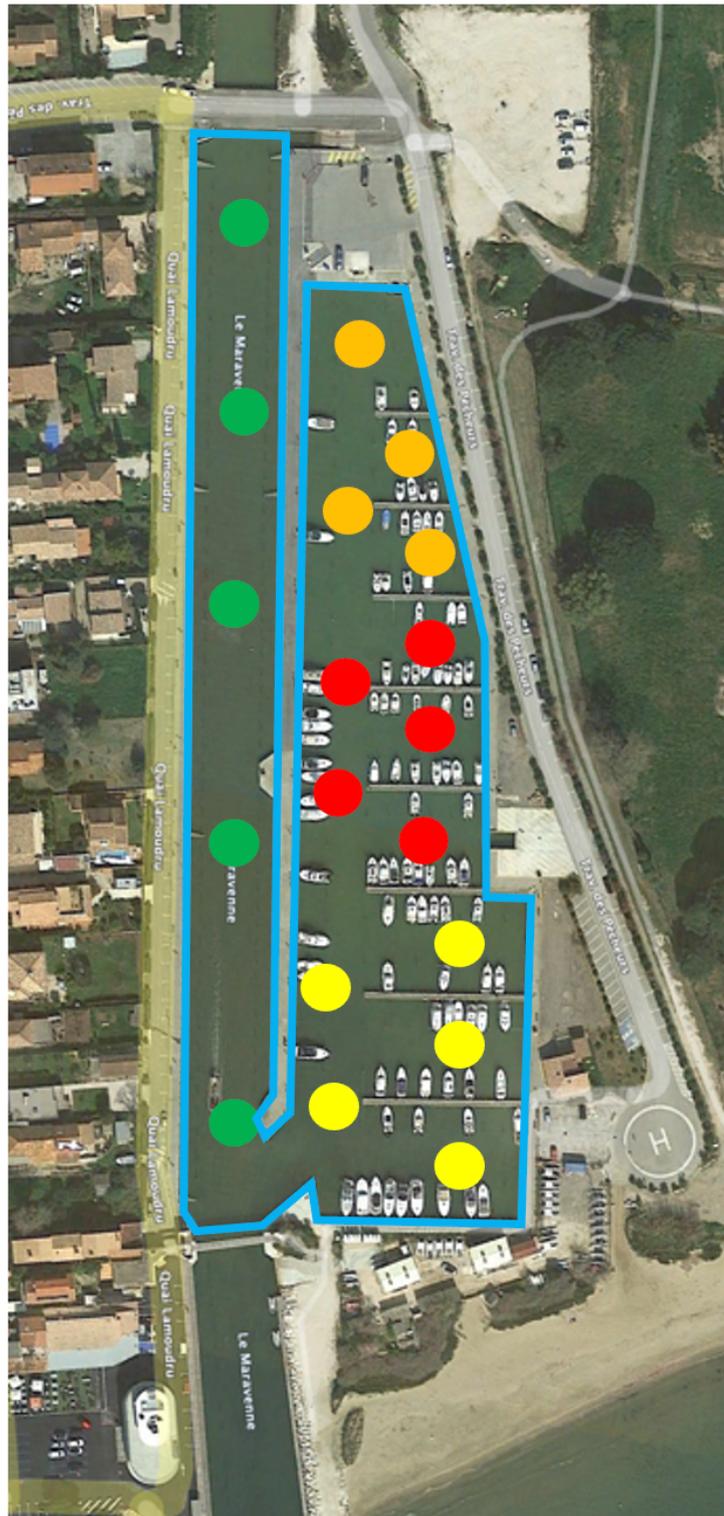
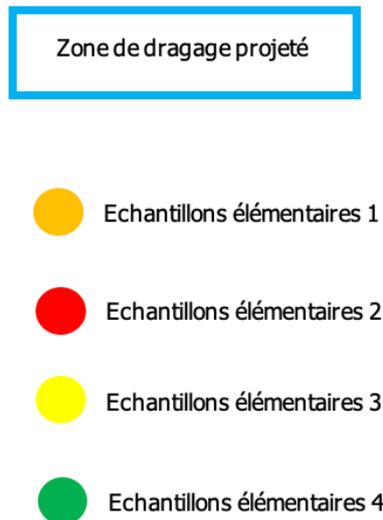


Figure 1 : Plan d'échantillonnage

### 3. Résultats analytiques

Les analyses ont été réalisées par les Laboratoires EUROFINS, accrédités pour ces dosages dans les sédiments marins. Les rapports d'analyses sont proposés en annexe de ce présent document. Les tableaux ci-après reprennent les résultats des différents paramètres dosés.

Echantillon	La Londe 1	La Londe 2	La Londe 3	La Londe 4	Valeurs seuils	
	Date 18/02/2022	18/02/2022	18/02/2022	18/02/2022	N1	N2
Matières sèches (%)	64,1	64,7	56,6	76,6		
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	1,96	1,74	1,66	1,92		
Carbone Organique Total (C.O.T.(% MS))	0,97	0,84	1,14	1,09		
Azote Kjeldahl (mg/kg poids sec)	1,2	0,8	1,3	<0.5		
Phosphore total (mg/kg poids sec)	941	954	978	747		
Perte au feu (550°C) (% MS)	4,27	3,53	5,18	2,27		
<b>GRANULOMETRIE (%) dans la fraction inférieure à 2mm</b>						
Sables grossiers 200-2000µm	14,34	12,6	4,18	40,15		
Sables fins 63-200µm	29,33	28,68	16,96	20,92		
Limons grossiers 20-63µm	20,99	22,12	30,86	17,08		
Limons fins 2-20µm	31,5	32,57	43,41	19,7		
Argiles <2µm	3,84	4,02	4,59	2,15		
<b>METAUX (mg/kg de sédiment sec)</b>						
Aluminium	13600	12900	15400	9480		
Arsenic	19,6	21,4	24,2	21	25	50
Cuivre	66,7	74,1	72,3	41,4	45	90
Nickel	24,2	23,5	25,3	19,4	37	74
Plomb	35	36,2	37,9	30,6	100	200
Zinc	114	112	115	102	276	552
Mercure	<0.10	<0.10	0,16	<0.10	0,4	0,8
Cadmium	0,12	0,12	0,13	0,12	1,2	2,4
Chrome	19,8	20,3	19	15,9	90	180
<b>POLYCHLOROBIPHENYLS -PCB (µg/kg de sédiment sec)</b>						
Congénère 28	< 1	< 1	< 1	< 1	5	10
Congénère 52	< 1	< 1	< 1	< 1	5	10
Congénère 101	< 1	< 1	< 1	< 1	10	20
Congénère 118	< 1	< 1	1,1	< 1	10	20
Congénère 138	< 1	< 1	3,8	< 1	20	40
Congénère 153	< 1	< 1	4,6	< 1	20	40
Congénère 180	< 1	< 1	2,7	< 1	10	20
<b>HYDROCARBURES POLYAROMATIQUES -HAP (µg/kg de sédiment sec)</b>						
Naphtalène	4,8	#VALEUR!	15,0	11,0	160	1130
Fluorène	13,0	6,9	5,4	7,4	20	280
Phénanthrène	14,0	9,4	24,0	65,0	240	870
Pyrène	23,0	19,0	43,0	75,0	500	1500
Benzo(a)anthracène	23,0	20,0	30,0	130,0	260	930
Chrysène	20,0	20,0	28,0	120,0	380	1590
Indéno(1,2,3 cd)pyrène	19,0	16,0	22,0	79,0	1700	5650
Dibenzo(a,h)anthracène	3,3	7,1	9,0	29,0	60	1160
Acénaphthylène	6,0	4,1	9,1	17,0	40	340
Acénaphthène	6,5	< 2	2,5	5,3	15	260
Anthracène	4,9	2,5	9,6	64,0	85	590
Fluoranthène	29,0	24,0	54,0	110,0	600	2850
Benzo(b)fluoranthène	32,0	27,0	44,0	140,0	400	900
Benzo(k)fluoranthène	12,0	9,6	27,0	54,0	200	400
Benzo(a)pyrène	28,0	23,0	28,0	100,0	430	1015
Benzo(g,h,i)pérylène	18,0	16,0	25,0	70,0	1700	5650
<b>ORGANOSTANNIQUES (µg/kg de sédiment sec)</b>						
T.B.T.	2,7	3,1	<2.0	3,4	100	400
Note : Valeur inscrite en noir < N1						

Tableau 1 : Résultats analytiques (Sédiments bruts)

## 4. Interprétations – Qualité physico-chimique

Les résultats analytiques présentent des teneurs faibles qui sont, pour les paramètres comportant des concentrations seuils, inférieures aux valeurs N1 de l'arrêté du 30 juin 2020, ceci à l'exception des teneurs en cuivre dans les échantillons 1, 2 et 3 qui sont supérieures à la valeur seuil N1.

## 5. Granulométries

Ces sédiments en place sont caractéristiques des vases sableuses et des vases avec des fractions fines inférieures à 63 $\mu$ m de l'ordre de 56, 59 et 79 % dans le port respectivement pour les échantillons 1, 2 et 3. L'échantillon dans le Maravenne est caractéristique des sables vaseux avec une teneur en fractions fines de l'ordre de 39%.

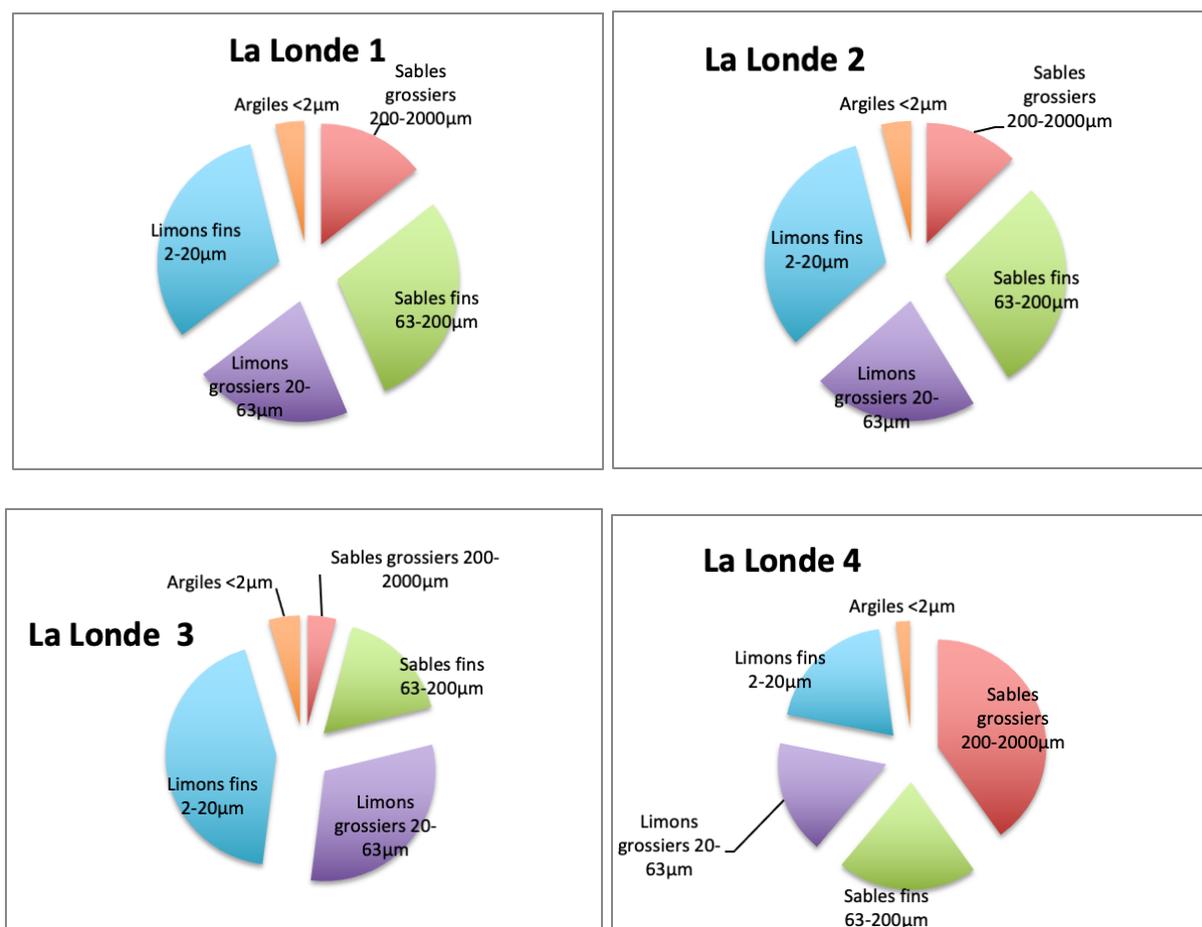


Figure 2 : Représentation des fractions granulométriques

## 6. Lixiviats

Les analyses pour les paramètres de l'arrêté du 12 décembre 2014 modifié ont été réalisées par les Laboratoires EUROFINs, accrédités pour ces dosages dans les sédiments marins.

Le rapport d'analyses est proposé en annexe de ce présent document. Le tableau ci-après reprend les résultats des différents paramètres dosés.

Echantillon					Valeurs seuils		
	La Londe 1	La Londe 2	La Londe 3	La Londe 4	ISDI	ISDND	ISDD
Conductivité (µS/cm)	3340	2940	5010	2500			
pH	8,2	8,2	8,4	8,6			
Fractions solubles (mg/kg)	20900	16400	30700	16200	4000	60000	100000
Matières sèches (%)	64,1	64,7	56,6	76,6			
COT (mg/kg)	78	110	180	85	500		
Chlorures (mg/kg)	10400	8360	15100	6770	800		
Fluorures (mg/kg)	9,95	8,56	11,5	8,02	10	150	500
Sulfate (mg/kg)	1530	1230	1620	1560	1000	20000	50000
Indice phénol (mg/kg)	<0.51	<0.50	<0.51	<0.51	1	50	
Antimoine (mg/kg)	0,23	0,23	0,28	0,1	0,06	0,7	5
Arsenic (mk/kg)	<0.101	<0.101	<0.101	<0.101	0,5	2	25
Baryum (mk/kg)	0,319	0,341	0,315	0,165	20	100	300
Cadmium (mg/kg)	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	0,04	1	5
Chrome (mk/kg)	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	0,5	10	70
Cuivre (mk/kg)	<0.101	0,146	0,125	0,104	2	50	100
Molybdène (mk/kg)	0,069	0,074	0,151	0,119	0,5	10	30
Nickel (mk/kg)	<0.101	<0.101	<0.101	<0.101	0,4	10	40
Plomb (mg/kg)	<0.101	<0.101	<0.101	<0.101	0,5	10	50
Sélénium (mg/kg)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0,1	0,5	7
Zinc (mg/kg)	<0.101	<0.101	<0.101	<0.101	4	50	200
Mercure (mg/kg)	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	0,01	0,2	2
COT sur brut (mg/kg)	9710	8380	11400	10900	30000	50000	60000
Indice HT (mg/kg)	87,1	19,1	83,2	19,8	500		
Somme HAP (mg/kg)	0,26	0,2	0,38	1,1	50		
Somme BETEX (mg/kg)	0,3	0,3	0,3	0,3	6		
Somme PCB (mg/kg)	0,004	0,004	0,014	0,004	1	20	50

Tableau 2 : Résultats analytiques dans les bruts et les lixiviats (paramètres de l'arrêté du 12 décembre 2014)

Au regard des teneurs dosées dans les lixiviats et dans les matériaux bruts il apparaît que ces sédiments ne sont pas inertes. Les teneurs en chlorures, fractions solubles et sulfates sont élevées et caractéristiques des milieux marins. Nous notons des valeurs légèrement élevées en antimoine qui sont non explicables étant donné les connaissances que nous avons de ce site et du bassin versant.

## 7. Ecotoxicité – HP14

Les matériaux, un échantillon moyen composite confectionné à partir de tous les échantillons élémentaires prélevés, soumis aux analyses ont présenté une dangerosité avérée au regard des tests HP14 pratiqués par le laboratoire EUROFINS vis-à-vis des végétaux terrestres.

Le rapport est joint en annexe (référence 22E032384) et permet de conclure que si ces tests positifs seront déterminants pour le devenir des déblais, la remise en suspension ne devrait pas être impactante pour l'environnement marin (tests sur les organismes marins négatifs). On indique que cette toxicité était uniquement avérée à l'issue du test relatif à la mise en germination des graines d'avoine.

Les teneurs des paramètres analysés ne permettaient pas de comprendre cette écotoxicité et en accord avec la Maitrise d'Ouvrage, et après discussions avec le laboratoire EUROFINS, de nouveaux échantillons ont été prélevés afin de faire tester les quatre zones séparément. Ceci afin de circonscrire une éventuelle zone dont la qualité des matériaux aurait impacté la toxicité du premier échantillon.

Les prélèvements ont été refaits aux positions identiques de la première mission et quatre échantillons moyens composites ont été soumis aux tests HP14. Les fiches d'analyses du laboratoire EUROFINS sont proposées en annexe (référence 22E122008).

Les résultats de ces tests sont tous négatifs et ces matériaux seraient non-écotoxiques. Nous n'avons pas d'explication qu'en au changement de qualité des sédiments en place dans le port Maravenne ni dans le lit du fleuve Maravenne.

## 8. Conclusion réglementaire pour les sédiments en place et leur devenir

**A la lecture du décret 2020-828 pris pour application de l'article R214-1 du Code de l'Environnement le dragage de ces matériaux dont l'un au moins des paramètres présente une teneur supérieure à une valeur seuil N1, et inférieure à N2, et ceci pour un volume supérieur à 5000m<sup>3</sup> relève du régime de la demande d'autorisation.**

**Les déblais à la suite du dragage projetés ne sont pas acceptables dans une installation stockage de déchets inertes et devront être acheminés dans une installation dont l'arrêté d'exploitation permet leur acceptabilité.**

## **9. Annexe**

Rapports analyses physico-chimiques EUROFINS n° 22E032384 et 22E122008.

\*\*\*\*\*

**PORT DE LA LONDE LES MAURES**
**Madame Magali Bayle**

Direction des ports

Capitainerie port Miramar

83250 LA LONDE LES MAURES

---

**RAPPORT D'ANALYSE**


---

**Dossier N° : 22E032384**

Version du : 02/05/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Date de réception technique : 19/02/2022

Première date de réception physique : 19/02/2022

Référence Dossier :

Coordinateur de Projets Clients : Clémence BARTHEL / ClemenceBARTHEL@eurofins.com / +33 3 88 91 19 11

N° Ech	Matrice		Référence échantillon
001	Sédiments	(SED)	La Londe 1
002	Sédiments	(SED)	La Londe 2
003	Sédiments	(SED)	La Londe 3
004	Sédiments	(SED)	La Londe 4

**RAPPORT D'ANALYSE**
**Dossier N° : 22E032384**

Version du : 02/05/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Date de réception technique : 19/02/2022

Première date de réception physique : 19/02/2022

Référence Dossier :

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

	001	002	003	004
	La Londe 1	La Londe 2	La Londe 3	La Londe 4
	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :	23/02/2022	23/02/2022	24/02/2022	24/02/2022
Date de début d'analyse :	23/02/2022	23/02/2022	24/02/2022	24/02/2022
Température de l'air de l'enceinte :	15.2°C	15.2°C	15.2°C	15.2°C

**Préparation Physico-Chimique**

XXS06 : <b>Prétraitement et séchage à 40°C</b>		*	Fait	*	Fait	*	Fait	*	Fait
LSA07 : <b>Matière sèche</b>	% P.B.	*	64.1	*	64.7	*	56.6	*	76.6
XXS07 : <b>Refus Pondéral à 2 mm</b>	% P.B.	*	31.5	*	36.8	*	14.6	*	41.1

**Mesures physiques**

LS918 : <b>Masse volumique sur échantillon brut</b>	g/cm <sup>3</sup>		1.96		1.74		1.66		1.92
LS995 : <b>Perte au feu à 550°C</b>	% MS		4.27		3.53		5.18		2.27

**Granulométrie**

LS4WH : <b>Pourcentage cumulé 0.02 à 2 µm</b>	%	*	3.84	*	4.02	*	4.59	*	2.15
LS4P2 : <b>Pourcentage cumulé 0.02 à 20 µm</b>	%	*	35.34	*	36.59	*	48.00	*	21.85
LSQK3 : <b>Pourcentage cumulé 0.02 à 63 µm</b>	%	*	56.33	*	58.71	*	78.86	*	38.94
LS3PB : <b>Pourcentage cumulé 0.02 à 200 µm</b>	%	*	85.66	*	87.40	*	95.82	*	59.85
LS9AT : <b>Pourcentage cumulé 0.02 à 2000 µm</b>	%	*	100.00	*	100.00	*	100.00	*	100.00
LS9AS : <b>Fraction 2 - 20 µm</b>	%	*	31.50	*	32.57	*	43.41	*	19.70
LS9AV : <b>Fraction 20 - 63 µm</b>	%	*	20.99	*	22.12	*	30.86	*	17.08
LS9AV : <b>Fraction 63 - 200 µm</b>	%	*	29.33	*	28.68	*	16.96	*	20.92
LS3PC : <b>Fraction 200 - 2000 µm</b>	%	*	14.34	*	12.60	*	4.18	*	40.15

**Analyses immédiates**

LSL4H : <b>pH H2O</b>									
pH extrait à l'eau			8.4		8.6		8.7		8.6
Température de mesure du pH	°C		19		19		19		19

**Indices de pollution**

LS916 : <b>Azote Kjeldahl (NTK)</b>	g/kg M.S.	*	1.2	*	0.8	*	1.3	*	<0.5
-------------------------------------	-----------	---	-----	---	-----	---	-----	---	------

**RAPPORT D'ANALYSE**
**Dossier N° : 22E032384**

Version du : 02/05/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Date de réception technique : 19/02/2022

Première date de réception physique : 19/02/2022

Référence Dossier :

N° Echantillon	001	002	003	004
Référence client :	La Londe 1	La Londe 2	La Londe 3	La Londe 4
Matrice :	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :				
Date de début d'analyse :	23/02/2022	23/02/2022	24/02/2022	24/02/2022
Température de l'air de l'enceinte :	15.2°C	15.2°C	15.2°C	15.2°C

**Indices de pollution**

LSSKM : <b>Carbone organique total (COT) par combustion sèche (Sédiments)</b>	mg/kg M.S.	*	9710	*	8380	*	11400	*	10900
-------------------------------------------------------------------------------	------------	---	------	---	------	---	-------	---	-------

**Métaux**

XXS01 : <b>Minéralisation eau régale - Bloc chauffant</b>		*	-	*	-	*	-	*	-
LS862 : <b>Aluminium (Al)</b>	mg/kg M.S.	*	13600	*	12900	*	15400	*	9480
LS865 : <b>Arsenic (As)</b>	mg/kg M.S.	*	19.6	*	21.4	*	24.2	*	21.0
LS874 : <b>Cuivre (Cu)</b>	mg/kg M.S.	*	66.7	*	74.1	*	72.3	*	41.4
LS881 : <b>Nickel (Ni)</b>	mg/kg M.S.	*	24.2	*	23.5	*	25.3	*	19.4
LS882 : <b>Phosphore (P)</b>	mg/kg M.S.	*	411	*	416	*	427	*	326
LS883 : <b>Plomb (Pb)</b>	mg/kg M.S.	*	35.0	*	36.2	*	37.9	*	30.6
LS894 : <b>Zinc (Zn)</b>	mg/kg M.S.	*	114	*	112	*	115	*	102
LSA09 : <b>Mercuré (Hg)</b>	mg/kg M.S.	*	<0.10	*	<0.10	*	0.16	*	<0.10
LS931 : <b>Cadmium (Cd)</b>	mg/kg M.S.	*	0.12	*	0.12	*	0.13	*	0.12
LS934 : <b>Chrome (Cr)</b>	mg/kg M.S.	*	19.8	*	20.3	*	19.0	*	15.9
LSA6B : <b>Phosphore total (P2O5)</b>	mg/kg M.S.		941		954		978		747

**Hydrocarbures totaux**

LS919 : <b>Hydrocarbures totaux (4 tranches) (C10-C40)</b>		*		*		*		*	
Indice Hydrocarbures (C10-C40)	mg/kg M.S.	*	87.1	*	19.1	*	83.2	*	19.8
HCT (nC10 - nC16) (Calcul)	mg/kg M.S.		3.02		1.72		3.93		1.26
HCT (>nC16 - nC22) (Calcul)	mg/kg M.S.		5.27		0.48		6.85		2.28
HCT (>nC22 - nC30) (Calcul)	mg/kg M.S.		26.8		5.66		23.0		2.69
HCT (>nC30 - nC40) (Calcul)	mg/kg M.S.		52.0		11.3		49.4		13.6
LS31K : <b>Découpage 8 tranches HCT-CPG nC10 à nC40 (en mg/kgMS)</b>									
>C10 - C12 inclus	mg/kg M.S.		1.80		1.31		2.57		0.06
> C12 - C16 inclus	mg/kg M.S.		1.22		0.41		1.37		1.20
> C16 - C20 inclus	mg/kg M.S.		3.66		0.17		3.93		1.52
> C20 - C24 inclus	mg/kg M.S.		9.57		0.92		8.36		1.19

**RAPPORT D'ANALYSE**
**Dossier N° : 22E032384**

Version du : 02/05/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Date de réception technique : 19/02/2022

Première date de réception physique : 19/02/2022

Référence Dossier :

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

	001	002	003	004
	La Londe 1	La Londe 2	La Londe 3	La Londe 4
	SED	SED	SED	SED
23/02/2022	23/02/2022	24/02/2022	24/02/2022	
15.2°C	15.2°C	15.2°C	15.2°C	

**Hydrocarbures totaux**
**LS31K : Découpage 8 tranches HCT-CPG nC10 à nC40 (en mg/kgMS)**

	001	002	003	004
> C24 - C28 inclus	18.82	2.73	10.70	0.45
> C28 - C32 inclus	10.05	5.55	21.93	4.65
> C32 - C36 inclus	35.40	8.03	33.55	9.60
> C36 - C40 exclus	6.59	0.01	0.86	1.12

**LSL4E : Découpage 8 tranches HCT-CPG nC10 à nC40 (%)**

	001	002	003	004
> C10 - C12 inclus (%)	2.07	6.86	3.09	0.31
> C12 - C16 inclus (%)	1.40	2.15	1.64	6.07
> C16 - C20 inclus (%)	4.20	0.89	4.72	7.70
> C20 - C24 inclus (%)	10.99	4.79	10.04	6.01
> C24 - C28 inclus (%)	21.60	14.28	12.85	2.29
> C28 - C32 inclus (%)	11.54	29.01	26.34	23.47
> C32 - C36 inclus (%)	40.63	41.96	40.30	48.49
> C36 - C40 exclus (%)	7.57	0.06	1.03	5.66

**Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)**

	001	002	003	004
LSRHU : <b>Naphtalène</b>	0.0048	<0.002	0.015	0.011
LSRHI : <b>Fluorène</b>	0.013	0.0069	0.0054	0.0074
LSRHJ : <b>Phénanthrène</b>	0.014	0.0094	0.024	0.065
LSRHM : <b>Pyrène</b>	0.023	0.019	0.043	0.075
LSRHN : <b>Benzo-(a)-anthracène</b>	0.023	0.02	0.03	0.13
LSRHP : <b>Chrysène</b>	0.02	0.02	0.028	0.12
LSRHS : <b>Indeno (1,2,3-cd) Pyrène</b>	0.019	0.016	0.022	0.079
LSRHT : <b>Dibenzo(a,h)anthracène</b>	0.0033	0.0071	0.009	0.029
LSRHV : <b>Acénaphthylène</b>	0.006	0.0041	0.0091	0.017
LSRHW : <b>Acénaphthène</b>	0.0065	<0.002	0.0025	0.0053
LSRHK : <b>Anthracène</b>	0.0049	0.0025	0.0096	0.064
LSRHL : <b>Fluoranthène</b>	0.029	0.024	0.054	0.11
LSRHQ : <b>Benzo(b)fluoranthène</b>	0.032	0.027	0.044	0.14
LSRHR : <b>Benzo(k)fluoranthène</b>	0.012	0.0096	0.027	0.054

**RAPPORT D'ANALYSE**
**Dossier N° : 22E032384**

Version du : 02/05/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Date de réception technique : 19/02/2022

Première date de réception physique : 19/02/2022

Référence Dossier :

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

	001	002	003	004
	La Londe 1	La Londe 2	La Londe 3	La Londe 4
	SED	SED	SED	SED
Date de début d'analyse :	23/02/2022	23/02/2022	24/02/2022	24/02/2022
Température de l'air de l'enceinte :	15.2°C	15.2°C	15.2°C	15.2°C

**Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)**

	001	002	003	004
LSRHH : <b>Benzo(a)pyrène</b>	mg/kg M.S. * 0.028	mg/kg M.S. * 0.023	mg/kg M.S. * 0.028	mg/kg M.S. * 0.1
LSRHX : <b>Benzo(ghi)Pérylène</b>	mg/kg M.S. * 0.018	mg/kg M.S. * 0.016	mg/kg M.S. * 0.025	mg/kg M.S. * 0.07
LSFF9 : <b>Somme des HAP</b>	mg/kg M.S. 0.26	mg/kg M.S. 0.2	mg/kg M.S. 0.38	mg/kg M.S. 1.1

**Polychlorobiphényles (PCBs)**

	001	002	003	004
LS3U7 : <b>PCB 28</b>	mg/kg M.S. * <0.001			
LS3UB : <b>PCB 52</b>	mg/kg M.S. * <0.001			
LS3U8 : <b>PCB 101</b>	mg/kg M.S. * <0.001			
LS3U6 : <b>PCB 118</b>	mg/kg M.S. * <0.001	mg/kg M.S. * <0.001	mg/kg M.S. * 0.0011	mg/kg M.S. * <0.001
LS3U9 : <b>PCB 138</b>	mg/kg M.S. * <0.001	mg/kg M.S. * <0.001	mg/kg M.S. * 0.0038	mg/kg M.S. * <0.001
LS3UA : <b>PCB 153</b>	mg/kg M.S. * <0.001	mg/kg M.S. * <0.001	mg/kg M.S. * 0.0046	mg/kg M.S. * <0.001
LS3UC : <b>PCB 180</b>	mg/kg M.S. * <0.001	mg/kg M.S. * <0.001	mg/kg M.S. * 0.0027	mg/kg M.S. * <0.001
LSFEH : <b>Somme PCB (7)</b>	mg/kg M.S. 0.004	mg/kg M.S. 0.004	mg/kg M.S. 0.014	mg/kg M.S. 0.004

**Composés Volatils**

	001	002	003	004
LS0XU : <b>Benzène</b>	mg/kg M.S. <0.10	mg/kg M.S. <0.10	mg/kg M.S. <0.10	mg/kg M.S. <0.10
LS0Y4 : <b>Toluène</b>	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20
LS0XW : <b>Ethylbenzène</b>	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20
LS0Y6 : <b>o-Xylène</b>	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20
LS0Y5 : <b>m+p-Xylène</b>	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20	mg/kg M.S. <0.20
LS0IK : <b>Somme des BTEX</b>	mg/kg M.S. 0.300	mg/kg M.S. 0.300	mg/kg M.S. 0.300	mg/kg M.S. 0.300

**Organoétains**

	001	002	003	004
LS2GK : <b>Dibutylétain cation-Sn (DBT)</b>	µg Sn/kg M.S. * <2.0			
LS2GL : <b>Tributylétain cation-Sn (TBT)</b>	µg Sn/kg M.S. * 2.7	µg Sn/kg M.S. * 3.1	µg Sn/kg M.S. * <2.0	µg Sn/kg M.S. * 3.4
LS2IJ : <b>Tétrabutylétain -Sn (TeBT)</b>	µg Sn/kg M.S. <10			
LS2IK : <b>Monobutylétain cation-Sn (MBT)</b>	µg Sn/kg M.S. * <2.0			

**RAPPORT D'ANALYSE**
**Dossier N° : 22E032384**

Version du : 02/05/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Date de réception technique : 19/02/2022

Première date de réception physique : 19/02/2022

Référence Dossier :

N° Echantillon	001	002	003	004
Référence client :	La Londe 1	La Londe 2	La Londe 3	La Londe 4
Matrice :	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :				
Date de début d'analyse :	23/02/2022	23/02/2022	24/02/2022	24/02/2022
Température de l'air de l'enceinte :	15.2°C	15.2°C	15.2°C	15.2°C

**Organoétains**

	001	002	003	004
LS2IL : <b>Triphénylétain cation-Sn (TPHt)</b>	µg Sn/kg M.S. * <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0
LS2IM : <b>MonoOctylétain cation-Sn (MOT)</b>	µg Sn/kg M.S. * <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0
LS2IN : <b>DiOctylétain cation-Sn (DOT)</b>	µg Sn/kg M.S. * <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0
LS2IP : <b>Tricyclohexylétain cation-Sn (TcHexT)</b>	µg Sn/kg M.S. * <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0

**Lixiviation**

	001	002	003	004
LSA36 : <b>Lixiviation 1x24 heures</b>				
Masse d'échantillon au laboratoire	g 3648.0	3257.0	3490.0	3770.0
Lixiviation 1x24 heures	Fait	Fait	Fait	Fait
Refus pondéral à 4 mm	% P.B. 21.2	15.4	22.8	20.5
XXS4D : <b>Pesée échantillon lixiviation</b>				
Volume	ml 950	950	950	950
Masse	g 93.7	94.2	94.2	94.00

**Analyses immédiates sur éluat**

	001	002	003	004
LSQ13 : <b>Mesure du pH sur éluat</b>				
pH (Potentiel d'Hydrogène)	8.2	8.2	8.4	8.6
Température de mesure du pH	°C 19	19	18	20
LSQ02 : <b>Conductivité à 25°C sur éluat</b>				
Conductivité corrigée automatiquement à 25°C	µS/cm 3340	2940	5010	2500
Température de mesure de la conductivité	°C 19.0	19.1	18.4	19.5
LSM46 : <b>Résidu sec à 105°C (Fraction soluble) sur éluat</b>				
Résidus secs à 105 °C	mg/kg M.S. 20900	16400	30700	16200
Résidus secs à 105°C (calcul)	% MS 2.1	1.6	3.1	1.6

**Indices de pollution sur éluat**

	001	002	003	004
LSM68 : <b>Carbone Organique par oxydation (COT) sur éluat</b>	mg/kg M.S. 78	110	180	85

## RAPPORT D'ANALYSE

**Dossier N° : 22E032384**

Version du : 02/05/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Date de réception technique : 19/02/2022

Première date de réception physique : 19/02/2022

Référence Dossier :

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

	001	002	003	004
	La Londe 1	La Londe 2	La Londe 3	La Londe 4
	SED	SED	SED	SED
	23/02/2022	23/02/2022	24/02/2022	24/02/2022
	15.2°C	15.2°C	15.2°C	15.2°C

### Indices de pollution sur éluat

LS04Y : <b>Chlorures sur éluat</b>	mg/kg M.S.	10400	8360	15100	6770
LSN71 : <b>Fluorures sur éluat</b>	mg/kg M.S.	9.95	8.56	11.5	8.02
LS04Z : <b>Sulfate (SO4) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	1530	1230	1620	1560
LSM90 : <b>Indice phénol sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.51	<0.50	<0.51	<0.51

### Métaux sur éluat

LSM97 : <b>Antimoine (Sb) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	0.23	0.23	0.28	0.1
LSM99 : <b>Arsenic (As) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.101	<0.101	<0.101	<0.101
LSN01 : <b>Baryum (Ba) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	0.319	0.341	0.315	0.165
LSN05 : <b>Cadmium (Cd) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
LSN08 : <b>Chrome (Cr) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
LSN10 : <b>Cuivre (Cu) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.101	0.146	0.125	0.104
LSN26 : <b>Molybdène (Mo) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	0.069	0.074	0.151	0.119
LSN28 : <b>Nickel (Ni) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.101	<0.101	<0.101	<0.101
LSN33 : <b>Plomb (Pb) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.101	<0.101	<0.101	<0.101
LSN41 : <b>Sélénium (Se) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
LSN53 : <b>Zinc (Zn) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.101	<0.101	<0.101	<0.101
LS04W : <b>Mercure (Hg) sur éluat</b>	mg/kg M.S.	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001

### Sous-traitance | Eurofins Ecotoxicologie France

Y0RS : <b>Rapport critère HP 14</b>		voir rapport joint	voir rapport joint		
Y031 : <b>Tamassage, centrifugation</b>	g/kg	-	-		
Y00H : <b>Lixiviation</b>		-	-		
Y00Q : <b>Test Microtox sur éluat</b>					
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	% (CE 50)	-	-		
Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	% (CE 50)	-	-		
Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	% (CE 50)	-	-		
IX00A : <b>Test Brachionus</b>					
Brachionus calyciflorus CE20/48h	% (CE 20)	-	-		

**RAPPORT D'ANALYSE**
**Dossier N° : 22E032384**

Version du : 02/05/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Date de réception technique : 19/02/2022

Première date de réception physique : 19/02/2022

Référence Dossier :

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

001	002	003	004
La Londe 1	La Londe 2	La Londe 3	La Londe 4
SED	SED	SED	SED
23/02/2022	23/02/2022	24/02/2022	24/02/2022
15.2°C	15.2°C	15.2°C	15.2°C

**Sous-traitance | Eurofins Ecotoxicologie France**
IX00A : **Test Brachionus**

Brachionus calyciflorus CE50/48h % (CE 50)

-

-

IX248 : **Test plantes émergence**

% (CE 50)

-

-

**et croissance - 1 semence**

D : détecté / ND : non détecté

z2 ou (2) : zone de contrôle des supports

Observations	N° Ech	Réf client
Date de prélèvement non communiquée : l'échantillon est considéré hors délai et les résultats seront rendus avec réserves.	(001) (002)	La Londe 1 / La Londe 2 /
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire, la valeur retenue pour le calcul de la somme Somme des BTEX pour le(s) paramètre(s) Toluène, o-Xylène, m+p-Xylène est LQ labo/2	(001) (002) (003) (004)	La Londe 1 / La Londe 2 / La Londe 3 / La Londe 4 /
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire, la valeur retenue pour le calcul de la somme SOMME PCB (7) pour le(s) paramètre(s) PCB 28, PCB 52, PCB 101 est LQ labo/2	(003)	La Londe 3
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire, la valeur retenue pour le calcul de la somme SOMME PCB (7) pour le(s) paramètre(s) PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153, PCB 180 est LQ labo/2	(001) (002) (004)	La Londe 1 / La Londe 2 / La Londe 4 /

---

**RAPPORT D'ANALYSE**


---

**Dossier N° : 22E032384**

Version du : 02/05/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Date de réception technique : 19/02/2022

Première date de réception physique : 19/02/2022

Référence Dossier :


**Aurélien RODERMANN**  
 Coordinatrice Projets Clients

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 16 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats (la date de prélèvement, la matrice, la référence échantillon et autres informations identifiées comme provenant du client), ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire. Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole \*.

Lors de l'émission d'une nouvelle version de rapport, toute modification est identifiée par une mise en forme gras, italique et souligné ou notifiée en observation  
 L'information relative au seuil de détection d'un paramètre n'est pas couverte par l'accréditation Cofrac.

Les résultats précédés du signe < correspondent aux limites de quantification, elles sont la responsabilité du laboratoire et fonction de la matrice.

Tous les éléments de traçabilité et incertitude (déterminée avec  $k = 2$ ) sont disponibles sur demande.

Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

Laboratoire agréé par le ministre chargé de l'environnement - se reporter à la liste des laboratoires sur le site internet de gestion des agréments du ministère chargé de l'environnement : <http://www.labeau.ecologie.gouv.fr>

Laboratoire agréé pour la réalisation des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux – portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Laboratoire agréé par le gouvernement du Grand-Duché de Luxembourg pour l'accomplissement de tâches techniques d'étude et de vérification dans le domaine de l'environnement – Détail disponible sur demande

Le résultat d'une somme de paramètres est soumis à une méthodologie spécifique développée par notre laboratoire. Celle-ci peut dépendre de la LQ réglementaire du ou des paramètres sommés. Pour plus d'informations, n'hésitez pas à contacter votre chargé d'affaires ou votre coordinateur de projet client.

## Annexe technique

**Dossier N° :22E032384**

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

### Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Incertitude à la LQ	Unité	Prestation réalisée sur le site de :		
IX00A	Test Brachionus	Technique [Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus calyciflorus en 48 h] - NF ISO 20666				Prestation soustraïée à EUROFINS ECOTOXICOLOGIE FRANCE		
	Brachionus calyciflorus CE20/48h						% (CE 20)	
	Brachionus calyciflorus CE50/48h	% (CE 50)						
IX248	Test plantes émergence et croissance - 1 semence	Technique [Détermination des effets des polluants sur la flore du sol] - NF ISO 11269-2			% (CE 50)			
IY00H	Lixiviation	Lixiviation - NF EN 12457-2						
IY00Q	Test Microtox sur éluat	Technique [Essais de toxicité aigue sur bactéries luminescentes] - NF EN ISO 11348-3						
							Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	% (CE 50)
							Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	% (CE 50)
							Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	% (CE 50)
IY031	Tamissage, centrifugation	Technique -			g/kg			
IY0RS	Rapport critère HP 14	Guide INERIS-Classification réglementaire déchets						
LS04W	Mercure (Hg) sur éluat	ICP/MS - NF EN ISO 17294-2	0.001	50%	mg/kg M.S.	Eurofins Analyses pour l'Environnement France		
LS04Y	Chlorures sur éluat	Spectrophotométrie (UV/VIS) [Spectrométrie visible automatisée] - NF ISO 15923-1	20	23%	mg/kg M.S.			
LS04Z	Sulfate (SO4) sur éluat		50	20%	mg/kg M.S.			
LS0IK	Somme des BTEX	Calcul - Calcul			mg/kg M.S.			
LS0XU	Benzène	HS - GC/MS [Extraction méthanolique] - NF EN ISO 22155 (sol) Méthode interne (boue,séd)	0.1	40%	mg/kg M.S.			
LS0XW	Ethylbenzène		0.2	45%	mg/kg M.S.			
LS0Y4	Toluène		0.2	45%	mg/kg M.S.			
LS0Y5	m+p-Xylène		0.2	45%	mg/kg M.S.			
LS0Y6	o-Xylène		0.2	45%	mg/kg M.S.			
LS2GK	Dibutylétain cation-Sn (DBT)		GC/MS/MS [Dérivation, extraction Solide/Liquide] - XP T 90-250	2	34%		µg Sn/kg M.S.	
LS2GL	Tributylétain cation-Sn (TBT)	2		35%	µg Sn/kg M.S.			
LS2IJ	Tétrabutylétain -Sn (TeBT)	10		45%	µg Sn/kg M.S.			
LS2IK	Monobutylétain cation-Sn (MBT)	2		35%	µg Sn/kg M.S.			
LS2IL	Triphénylétain cation-Sn (TPHT)	2		46%	µg Sn/kg M.S.			
LS2IM	MonoOctylétain cation-Sn (MOT)	2		40%	µg Sn/kg M.S.			

**Annexe technique**
**Dossier N° :22E032384**

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

**Sédiments**

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Incertitude à la LQ	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LS2IN	DiOctyletain cation-Sn (DOT)		2	36%	µg Sn/kg M.S.	
LS2IP	Tricyclohexyletain cation-Sn (TcHexT)		2	35%	µg Sn/kg M.S.	
LS31K	Découpage 8 tranches HCT-CPG nC10 à nC40 (en mg/kgMS) >C10 - C12 inclus > C12 - C16 inclus > C16 - C20 inclus > C20 - C24 inclus > C24 - C28 inclus > C28 - C32 inclus > C32 - C36 inclus > C36 - C40 exclus	Calcul [Découpage seul] - Méthode interne			mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LS3PB	Pourcentage cumulé 0.02 à 200 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0		%	
LS3PC	Fraction 200 - 2000 µm		0		%	
LS3U6	PCB 118	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN 17322	0.001	34%	mg/kg M.S.	
LS3U7	PCB 28		0.001	30%	mg/kg M.S.	
LS3U8	PCB 101		0.001	32%	mg/kg M.S.	
LS3U9	PCB 138		0.001	34%	mg/kg M.S.	
LS3UA	PCB 153		0.001	29%	mg/kg M.S.	
LS3UB	PCB 52		0.001	32%	mg/kg M.S.	
LS3UC	PCB 180		0.001	37%	mg/kg M.S.	
LS4P2	Pourcentage cumulé 0.02 à 20 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0		%	
LS4WH	Pourcentage cumulé 0.02 à 2 µm		0		%	
LS862	Aluminium (Al)	ICP/AES [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN ISO 11885 - NF EN ISO 54321(sol,boue) Méthode interne(autres)	5	50%	mg/kg M.S.	
LS865	Arsenic (As) Arsenic (As) Arsenic (As)		1 1	40% 40%	mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LS874	Cuivre (Cu) Cuivre (Cu) Cuivre (Cu)		5 5	50% 50%	mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LS881	Nickel (Ni) Nickel (Ni) Nickel (Ni)		1 1	40% 40%	mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LS882	Phosphore (P)					

## Annexe technique

**Dossier N° :22E032384**

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

### Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Incertitude à la LQ	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
	Phosphore		1	45%	mg/kg M.S.	
	Phosphore		1	45%	mg/kg M.S.	
LS883	Plomb (Pb)					
	Plomb (Pb)		5	30%	mg/kg M.S.	
	Plomb (Pb)		5	30%	mg/kg M.S.	
LS894	Zinc (Zn)					
	Zinc (Zn)		5	25%	mg/kg M.S.	
	Zinc (Zn)		5	25%	mg/kg M.S.	
LS916	Azote Kjeldahl (NTK)	Volumétrie [Minéralisation] - Méthode interne (Sols) - NF EN 13342 (autres matrices)				
	Azote Kjeldahl		0.5	35%	g/kg M.S.	
	Azote Kjeldahl		0.5	35%	g/kg M.S.	
LS918	Masse volumique sur échantillon brut	Gravimétrie - Méthode interne			g/cm <sup>3</sup>	
LS919	Hydrocarbures totaux (4 tranches) (C10-C40)	GC/FID [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN 14039 (Boue, Sédiments) - NF EN ISO 16703 (Sols)				
	Indice Hydrocarbures (C10-C40)		15	45%	mg/kg M.S.	
	HCT (nC10 - nC16) (Calcul)				mg/kg M.S.	
	HCT (>nC16 - nC22) (Calcul)				mg/kg M.S.	
	HCT (>nC22 - nC30) (Calcul)				mg/kg M.S.	
	HCT (>nC30 - nC40) (Calcul)				mg/kg M.S.	
LS931	Cadmium (Cd)	ICP/MS [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN ISO 17294-2 - NF EN ISO 54321(sol,boue) Méthode interne(autres)				
	Cadmium (Cd)		0.1	28%	mg/kg M.S.	
	Cadmium (Cd)		0.1	28%	mg/kg M.S.	
LS934	Chrome (Cr)					
	Chrome (Cr)		0.1	30%	mg/kg M.S.	
	Chrome (Cr)		0.1	30%	mg/kg M.S.	
LS995	Perte au feu à 550°C	Gravimétrie - NF EN 12879 (annulée)	0.1		% MS	
LS9AS	Fraction 2 - 20 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0		%	
LS9AT	Pourcentage cumulé 0.02 à 2000 µm		0		%	
LS9AV	Fraction 63 - 200 µm		0		%	
LSA07	Matière sèche	Gravimétrie - NF EN 12880	0.1	5%	% P.B.	
LSA09	Mercuré (Hg)	SFA / vapeurs froides (CV-AAS) [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN ISO 54321(sol,boue) Méthode interne(autres) - NF ISO 16175-2 (boue) - NF ISO 16772 (sol)				

## Annexe technique

**Dossier N° :22E032384**

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

### Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Incertitude à la LQ	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
	Mercuré (Hg)		0.1	20%	mg/kg M.S.	
	Mercuré (Hg)		0.1	20%	mg/kg M.S.	
LSA36	Lixiviation 1x24 heures  Masse d'échantillon au laboratoire Lixiviation 1x24 heures Refus pondéral à 4 mm	Lixiviation [Ratio L/S = 10 l/kg - Broyage par concasseur à mâchoires] - NF EN 12457-2	0.1		g  % P.B.	
LSA6B	Phosphore total (P2O5)	Calcul - Calcul			mg/kg M.S.	
LSFEH	Somme PCB (7)				mg/kg M.S.	
LSFF9	Somme des HAP				mg/kg M.S.	
LSL4E	Découpage 8 tranches HCT-CPG nC10 à nC40 (%) > C10 - C12 inclus (%) > C12 - C16 inclus (%) > C16 - C20 inclus (%) > C20 - C24 inclus (%) > C24 - C28 inclus (%) > C28 - C32 inclus (%) > C32 - C36 inclus (%) > C36 - C40 exclus (%)	Calcul - Méthode interne			% % % % % % % %	
LSL4H	pH H2O  pH extrait à l'eau Température de mesure du pH	Potentiométrie - Ad. NF ISO 10390 (SED) NF EN 12176 (abrogée,BOU)			°C	
LSM46	Résidu sec à 105°C (Fraction soluble) sur éluat Résidus secs à 105 °C Résidus secs à 105°C (calcul)	Gravimétrie - NF T 90-029	2000 0.2	20%	mg/kg M.S. % MS	
LSM68	Carbone Organique par oxydation (COT) sur éluat	Spectrophotométrie (IR) [Oxydation à chaud en milieu acide] - Méthode interne (Hors sol) - NF EN 1484 (Sols)	50	45%	mg/kg M.S.	
LSM90	Indice phénol sur éluat	Flux continu - NF EN ISO 14402 (adaptée sur sédiment,boue)	0.5		mg/kg M.S.	
LSM97	Antimoine (Sb) sur éluat	ICP/MS - NF EN ISO 17294-2	0.002	25%	mg/kg M.S.	
LSM99	Arsenic (As) sur éluat		0.1	25%	mg/kg M.S.	
LSN01	Baryum (Ba) sur éluat		0.1		mg/kg M.S.	
LSN05	Cadmium (Cd) sur éluat		0.002	30%	mg/kg M.S.	
LSN08	Chrome (Cr) sur éluat		0.1		mg/kg M.S.	
LSN10	Cuivre (Cu) sur éluat		0.1		mg/kg M.S.	
LSN26	Molybdène (Mo) sur éluat		0.01		mg/kg M.S.	

## Annexe technique

**Dossier N° :22E032384**

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

### Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Incertitude à la LQ	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LSN28	Nickel (Ni) sur éluat		0.1	20%	mg/kg M.S.	
LSN33	Plomb (Pb) sur éluat		0.1		mg/kg M.S.	
LSN41	Sélénium (Se) sur éluat		0.01	35%	mg/kg M.S.	
LSN53	Zinc (Zn) sur éluat		0.1	28%	mg/kg M.S.	
LSN71	Fluorures sur éluat		5	14%	mg/kg M.S.	
LSQ02	Conductivité à 25°C sur éluat Conductivité corrigée automatiquement à 25°C Température de mesure de la conductivité	Potentiométrie [Méthode à la sonde] - NF EN 27888	15	30%	µS/cm °C	
LSQ13	Mesure du pH sur éluat pH (Potentiel d'Hydrogène) Température de mesure du pH	Potentiométrie - NF EN ISO 10523			°C	
LSQK3	Pourcentage cumulé 0.02 à 63 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0		%	
LSRHH	Benzo(a)pyrène	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN 17503 - NF ISO 18287 (Sols)	0.002	46%	mg/kg M.S.	
LSRHI	Fluorène		0.002	27%	mg/kg M.S.	
LSRHJ	Phénanthrène		0.002	39%	mg/kg M.S.	
LSRHK	Anthracène		0.002	34%	mg/kg M.S.	
LSRHL	Fluoranthène		0.002	41%	mg/kg M.S.	
LSRHM	Pyrène		0.002	36%	mg/kg M.S.	
LSRHN	Benzo-(a)-anthracène		0.002	34%	mg/kg M.S.	
LSRHP	Chrysène		0.002	36%	mg/kg M.S.	
LSRHQ	Benzo(b)fluoranthène		0.002	39%	mg/kg M.S.	
LSRHR	Benzo(k)fluoranthène		0.002	41%	mg/kg M.S.	
LSRHS	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène		0.002	36%	mg/kg M.S.	
LSRHT	Dibenzo(a,h)anthracène		0.002	31%	mg/kg M.S.	
LSRHU	Naphtalène		0.002	34%	mg/kg M.S.	
LSRHV	Acénaphthylène		0.002	32%	mg/kg M.S.	
LSRHW	Acénaphtène		0.002	31%	mg/kg M.S.	
LSRHX	Benzo(ghi)Pérylène	0.002	34%	mg/kg M.S.		
LSSKM	Carbone organique total (COT) par combustion sèche (Sédiments)	Combustion [sèche] - NF EN 15936 - Méthode B	1000	40%	mg/kg M.S.	
LSSKU	Fraction 20 - 63 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0		%	
XXS01	Minéralisation eau régale - Bloc chauffant Minéralisation Eau Régale - Bloc chauffant après p Minéralisation Eau Régale - Bloc chauffant après p	Digestion acide -				

## Annexe technique

**Dossier N° :22E032384**

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

### Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Incertitude à la LQ	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
XXS06	Prétraitement et séchage à 40°C  Préparation physico-chimique (séchage à 40°C) Préparation physico-chimique (séchage à 40°C)	Séchage [Le laboratoire travaillera sur la fraction <2mm de l'échantillon sauf demande explicite du client] - NF ISO 11464 (Boue et sédiments)				
XXS07	Refus Pondéral à 2 mm  Refus pondéral à 2 mm Refus pondéral à 2 mm	Tamisage [Le laboratoire travaillera sur la fraction <à 2mm de l'échantillon sauf demande explicite du client] -	1 1		% P.B. % P.B.	
XXS4D	Pesée échantillon lixiviation Volume Masse	Gravimétrie - NF EN 12457-2			ml g	

## Annexe de traçabilité des échantillons

*Cette traçabilité recense les flacons des échantillons scannés dans EOL sur le terrain avant envoi au laboratoire*

**Dossier N° : 22E032384**

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-096860-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

### Sédiments

N° Ech	Référence Client	Date & Heure Prélèvement	Date de Réception Physique <sup>(1)</sup>	Date de Réception Technique <sup>(2)</sup>	Code-Barre	Nom Flacon
001	La Londe 1		19/02/2022	19/02/2022		
002	La Londe 2		19/02/2022	19/02/2022		
003	La Londe 3		19/02/2022	19/02/2022		
004	La Londe 4		19/02/2022	19/02/2022		

(1) : Date à laquelle l'échantillon a été réceptionné au laboratoire.

Lorsque l'information n'a pas pu être récupérée, cela est signalé par la mention N/A (non applicable).

(2) : Date à laquelle le laboratoire disposait de toutes les informations nécessaires pour finaliser l'enregistrement de l'échantillon.

# Annexe au rapport d'analyse

## LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025 COFRAC ESSAIS 1-1488 (portée disponible sur www.cofrac.fr) - Methode interne

Référence de l'échantillon (Matrice) :

22e032384-001 (SED) - Average

Date de l'analyse :

mardi 8 mars 2022 14:58:05

Opérateur :

FPEP

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

### Données statistique

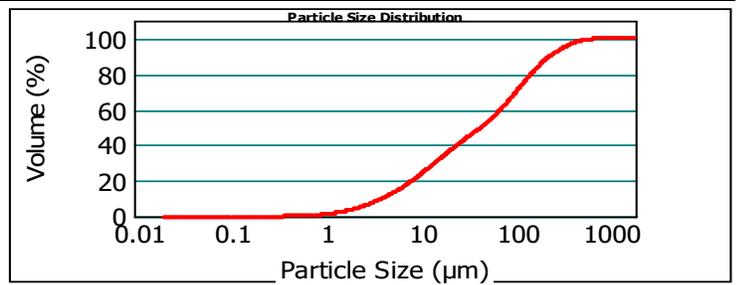
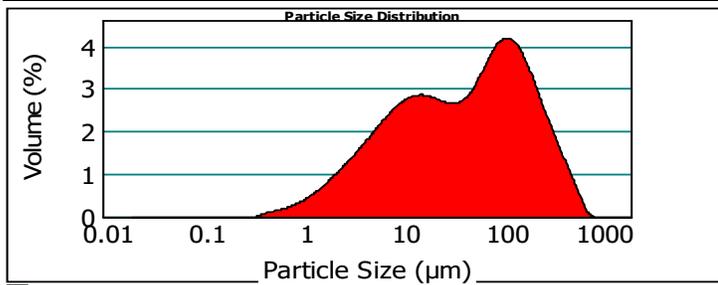
**Surface spécifique :** 0.565 m<sup>2</sup>/g  
**Moyenne :** 92.907 µm  
**Médiane :** 45.835 µm  
**Variance :** 13729.803 µm<sup>2</sup>  
**Ecart type :** 117.174 µm  
**Rapport moyenne/médiane :** 2.027 µm  
**Mode :** 115.129 µm

### \* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 3.84%  
 Percentage between 0.02 µm and 20.00 µm : 35.34%  
 Percentage between 0.02 µm and 63.00 µm : 56.33%  
 Percentage between 0.02 µm and 200.00 µm : 85.66%  
 Percentage between 0.02 µm and 2000.00 µm : 100.00%

### Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 3.84%  
 Percentage between 2.00 µm and 20.00 µm : 31.50%  
 Percentage between 20.00 µm and 50.00 µm : 16.29%  
 Percentage between 50.00 µm and 200.00 µm : 34.03%  
 Percentage between 20.00 µm and 63.00 µm : 20.99%  
 Percentage between 63.00 µm and 200.00 µm : 29.33%  
 Percentage between 200.00 µm and 2000.00 µm : 14.34%



■ 22e032384-001 (SED) - Average

mardi 8 mars 2022 14:58:05

Size (µm)	Volume In %
0.020	1.12
1.000	2.72
2.000	1.47
2.500	4.23
4.000	5.01
6.000	

Size (µm)	Volume In %
6.000	4.33
8.000	3.75
10.000	7.37
15.000	1.20
16.000	4.13
20.000	

Size (µm)	Volume In %
20.000	7.23
30.000	4.99
40.000	4.07
50.000	4.70
63.000	11.41
100.000	

Size (µm)	Volume In %
100.000	10.97
150.000	6.96
200.000	4.48
250.000	2.99
300.000	3.57
400.000	

Size (µm)	Volume In %
400.000	1.87
500.000	0.96
600.000	0.48
800.000	0.00
900.000	0.00
1000.000	

Size (µm)	Volume In %
1000.000	0.00
1500.000	0.00
2000.000	

Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00
1.000	1.12
2.000	3.84
2.500	5.31
4.000	9.54

Size (µm)	Vol Under %
6.000	14.55
8.000	18.88
10.000	22.63
15.000	30.00
16.000	31.21

Size (µm)	Vol Under %
20.000	35.34
30.000	42.57
40.000	47.56
50.000	51.63
63.000	56.33

Size (µm)	Vol Under %
100.000	67.73
150.000	78.70
200.000	85.66
250.000	90.13
300.000	93.13

Size (µm)	Vol Under %
400.000	96.69
500.000	98.56
600.000	99.52
800.000	100.00
900.000	100.00

Size (µm)	Vol Under %
1000.000	100.00
1500.000	100.00
2000.000	100.00

### Paramètre d'analyse

**Type d'instrument :** Malvern Mastersizer 2000  
**Durée d'analyse :** 2 X 30 secondes  
**Gamme de mesure :** Préparateur Hydro MU  
 0.020 µm à 2000 µm  
**Indice de réfraction :** 1.33  
**Logiciel :** Malvern Application 5.60  
**Liquide :** Water 800 mL  
**Modèle optique :** Fraunhofer  
**Obscuracion :** 11.73 %  
**Vitesse de la pompe :** 3000 rpm

- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale, en complément du rapport d'analyse auquel il est annexé. Il comporte 1 page. Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

EUROFINS Analyses pour l'Environnement France - Site de Saverne  
 5, rue d'Otterswiller 67700 SAVERNE -  
 Telephone 03 88 911 911 - Fax : 03 88 91 65 31 - Site Web : www.euofins.fr/env  
 SAS au capital de 1 632 800 € - APE 7120B - RCS Saverne 422 998 971

**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**  
**Département Environnement**  
5 rue d'Otterswiller  
67700 SAVERNE  
**FRANCE**

---

## RAPPORT D'ANALYSE

---

N° de rapport d'analyse : AR-22-IY-004144-01

Version du : 14/04/2022

Page 1/2

Dossier N° : 22G001065

Date de réception : 24/02/2022

Référence bon de commande : EUFRSA200119001

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
001	Sédiments	22E032384-001 / La Londe 1	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée : l'échantillon est considéré hors délai et les résultats seront rendus avec réserves.

<b>Prélèvement effectué par (1)</b>	Prélevé par vos soins	<b>Date de réception</b>	24/02/2022 10:57
<b>Date de prélèvement</b>	Non communiquée	<b>Début d'analyse</b>	31/03/2022

**Ecotoxicologie continentale**

	Résultat	Unité
<b>IX00A : Test Brachionus</b> Prestation réalisée par nos soins		
Technique [Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus calyciflorus en 48 h] - NF ISO 20666		
Brachionus calyciflorus CE20/48h	-	% (CE 20)
Brachionus calyciflorus CE50/48h	-	% (CE 50)
<b>IY00Q : Test Microtox sur éluat</b> Prestation réalisée par nos soins		
Technique [Essais de toxicité aiguë sur bactéries luminescentes] - NF EN ISO 11348-3		
Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	-	% (CE 50)
<b>IY00H : Lixiviation</b> Prestation réalisée par nos soins		
Lixiviation - NF EN 12457-2		
<b>IX248 : Test plantes émergence et croissance - 1 semence</b> Prestation réalisée par nos soins		
Technique [Détermination des effets des polluants sur la flore du sol] - NF ISO 11269-2		
<b>IY0RS : Rapport critère HP 14</b> Prestation réalisée par nos soins	voir rapport joint	
Guide INERIS-Classification réglementaire déchets		
<b>Divers</b>		
	Résultat	Unité
<b>IY031 : Tamisage, centrifugation</b> Prestation réalisée par nos soins		
Technique -	-	g/kg



**Yvann Foucault**  
Study Manager

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu.

Pour déclarer, ou non, la conformité à la spécification, il n'a pas été tenu explicitement compte de l'incertitude associée au résultat. Tous les éléments de traçabilité, ainsi que les incertitudes de mesure, sont disponibles sur demande.

Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

(1) Données fournies par le client qui ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Lors de l'émission d'une nouvelle version de rapport, toute modification est identifiée par une mise en forme gras, italique et souligné ou notifiée dans les observations.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT France**

Adresse : 5 Rue d'Otterswiller - F-67700 Saverne

***EVALUATION SUIVANT LE CRITERE HP14  
DE L'ECOTOXICITE D'UN ECHANTILLON  
SEDIMENT***

***REFERENCE : « 22E032384-001 »***

**Rapport d'analyses n°22VF8E-0545 du 14/04/2022**

# SOMMAIRE

<b>I.</b>	<b>PRESENTATION DE L'ECHANTILLON</b>	<b>Page 4</b>
<b>II.</b>	<b>VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14*</b>	<b>Page 4</b>
<b>III.</b>	<b>PREPARATION DES ELUATS</b>	<b>Page 5</b>
<b>IV.</b>	<b>DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE</b>	<b>Page 6</b>
IV.1	DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2	TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2.1	<i>Test de toxicité aiguë</i>	<b>Page 6</b>
IV.2.2	<i>Test de toxicité chronique</i>	<b>Page 6</b>
IV.3	TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES	<b>Page 7</b>
IV.3.1	<i>Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (Avena sativa, NF EN ISO 11269-2, 2013)</i>	<b>Page 7</b>
<b>V.</b>	<b>DATES DES DIFFERENTES ETAPES</b>	<b>Page 7</b>
<b>VI.</b>	<b>CARACTERISATION DU SEDIMENT</b>	<b>Page 8</b>
VI.1	PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES	<b>Page 8</b>
VI.2	RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	<b>Page 8</b>
VI.2.1	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques</i>	<b>Page 8</b>
VI.2.2	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres</i>	<b>Page 10</b>
<b>VII.</b>	<b>SYNTHESE DES RESULTATS</b>	<b>Page 11</b>

### **Liste des tableaux :**

- Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon
- Tableau 2. Dates des tests de toxicité
- Tableau 3. Préparation des éluats
- Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats
- Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats
- Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats
- Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité
- Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité
- Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE)

### **Liste des figures :**

- Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments
- Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques
- Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques
- Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres

## I. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé « 22E032384-001 » réceptionné le 24/02/2022 de siccité égale à 39%.

Date de prélèvement : Non communiquée.

Référence Eurofins Ecotoxicologie France : 22G001065-001.

*Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.*

## II. VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14\*

*\* anciennement appelé critère H14.*

Dans le domaine des déchets, le conseil des communautés européennes a défini 15 propriétés qui rendent les déchets dangereux dont la propriété écotoxique : le critère H14 (Directive européenne 91/689 relative aux déchets dangereux, 1991) repris en droit français par le décret n°97-517 du 15 mai 1997 relatif à la classification des déchets dangereux.

Le groupe de travail « Dangerosité des sédiments », piloté par le Ministère en charge de l'Environnement, a défini en 2009, dans le cadre de l'application de la Directive Cadre sur les Déchets, un protocole permettant l'évaluation de la dangerosité des sédiments marins et continentaux au titre de la propriété HP 14. Après tamisage et centrifugation, la caractérisation biologique des sédiments requiert 2 approches différentes et complémentaires :

- approche directe : étude sur des extraits solides.
- approche indirecte : étude sur des extraits liquides – ou éluats obtenus par lixiviation.

Les essais réalisés sont ceux proposés dans le rapport INERIS-DRC-15-149793-06416A réalisé pour le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) – « Classification réglementaire des déchets - Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité » pour la mesure du paramètre HP14 sur sédiments marins et continentaux (4 février 2016).

**Les seuils de dangerosité proposés par le critère HP14 sont les suivants :**

- **Pour la toxicité sur éluats issus de la lixiviation d'un sédiment, le seuil pour les tests aigus est de 10% pour la CE 50 et pour les tests chroniques, de 1% pour la CE 20.**
- **Pour les tests sur extraits solides, le seuil est de 10% en équivalent matière sèche pour la CE 50.**

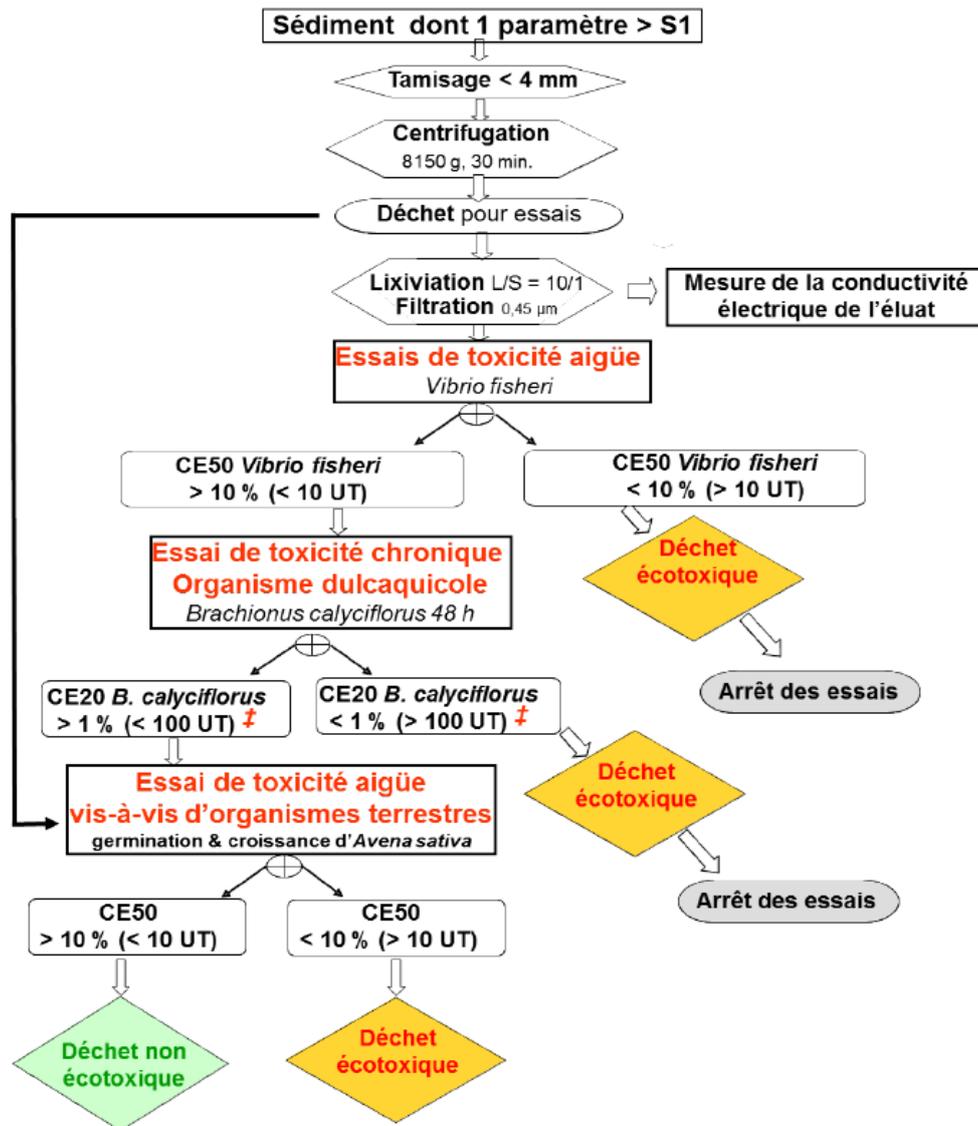


Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments

### III. PREPARATION DES ELUATS

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

1. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
2. Agitation 24 heures, par retournement (10 tours/min),
3. Séparation des phases liquide et solide par décantation pendant 15 minutes (si la décantation est inefficace, centrifugation 3000 tours/min, 10 min),
4. Filtration de l'éluat à 0,45 µm,
5. Ajustement du pH entre 5,5 et 8,5 à l'aide de HNO<sub>3</sub> (65%) ou de NaOH (1N),
6. Réalisation des tests biologiques :
  - Microtox® et Brachionus sur l'éluat filtré à 0,45 µm.

Les éluats sont ensuite conservés à l'obscurité à une température de 5 °C +/- 3 et sont utilisés pour les tests biologiques de toxicité dans les 15 jours de leur production.

## IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

### IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES

CE X-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X% de la population après un temps T.

### IV.2 TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES

#### IV.2.1 Test de toxicité aiguë

Test d'inhibition de la luminescence sur des 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 *Photobacterium phosphoreum*). Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 5, 15 à 30 minutes inhibe 50% de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par CE 50-T, T représentant le temps de contact des bactéries avec l'échantillon.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 2.

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

Fournisseur de la souche lyophilisée : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 50 : Logiciel Microtox-Omni.

Essai sur substances de référence réalisé à chaque série analytique \* :

- Heptahydrate de sulfate de zinc ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ).
- 3,5-dichlorophénol ( $C_6H_4Cl_2O$ ).
- Dichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ).

\* : L'essai se fait  
seulement sur 1  
substance de référence  
parmi les 3 possibles.

#### IV.2.2 Test de toxicité chronique

Test d'inhibition de la reproduction sur des rotifères (*Brachionus calyciflorus*, NF ISO 20666, 2009)

De jeunes femelles *Brachionus calyciflorus* (*Monogota*, *Rotifera*), âgées de moins de 2 heures au début de l'essai, sont exposées individuellement pendant une période de 48 heures 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. La concentration d'échantillon inhibant 20% de la croissance populationnel est alors déterminée (CE 20).

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 8.

Organisme d'essai : *Brachionus calyciflorus*.

Fournisseur des sporocystes déshydratés : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 20 : Modèle logistique basé sur l'équation de Hill (macro Regtox\_ev6.6.2.xls).

Essai sur substances de référence réalisé une fois par mois : Pentahydrate de sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).

### IV.3 TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES

#### IV.3.1 Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (*Avena sativa*, NF EN ISO 11269-2, 2013)

Les échantillons de sédiment sont dilués avec le milieu ISO (mélange de 70% de sable de Fontainebleau, 20% de kaolinite et 10% de sphaigne). Les différentes graines d'avoine sont plantées dans les dilutions. Dix graines d'avoine (*Avena sativa*) sont introduits par dilution.

L'essai se déroule en 2 étapes :

- un essai préliminaire de 7 jours qui permet d'étudier l'effet de différentes concentrations comprises entre 1 et 100% d'échantillon.
- un essai définitif pour lequel une série de 5 dilutions est réalisée (en se plaçant aux bornes des dilutions pour lesquelles l'émergence passait de 0 à 100% lors de l'essai préliminaire).

L'émergence et la croissance de l'avoine 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. Après 14 jours, la biomasse de chaque dilution est quantifiée par pesée. La concentration d'échantillon (en équivalent matière sèche) inhibant 50% de la germination et de la croissance est alors déterminée (CE 50).

Méthode de calcul de la CE 50 : Modèle statistique Log-Probit sur le logiciel Toxcalc.

## V. DATES DES DIFFERENTES ETAPES

**Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon**

Etapes	Dates
Tamissage à 4mm	10/03/2022
Centrifugation à 8150 g	10/03/2022
Lixiviation	11/03/2022
Centrifugation à 3000 tours/min	16/03/2022
Filtration à 0,45 µm	16/03/2022

**Tableau 2. Dates des tests de toxicité**

Tests	Dates des essais définitifs	Échantillon congelé avant analyse
Microtox®	01/04/2022	Oui
Brachionus	29/03/2022	Oui
Avoines	30/03/2022	

## VI. CARACTERISATION DU SEDIMENT

### VI.1 PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES

Teneur en eau de l'échantillon brut : 61%

Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation à 8150 g : 49%

↳ Conductivité de l'eaux interstitielles obtenus : 56700 µS/cm

Le tableau ci-dessous regroupe les difficultés rencontrées lors de la préparation des éluats et les paramètres physico-chimiques de ces derniers.

**Tableau 3. Préparation des éluats**

Eluats	22E032384-001
Difficultés de filtration	Oui, centrifugation à 3500 tours/min pendant 30 minutes
pH de l'éluat	8.0
Ajustement du pH de l'éluat	Non
Oxygène dissous (mg/L) de l'éluat	7.6
Conductivité (µS/cm) de l'éluat	4980

### VI.2 RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

#### VI.2.1 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques

**Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats**

Sédiment	Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E032384-001
Test de toxicité aiguë	Microtox®	Inhibition de la luminescence	CE 50 - 5min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 15min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 30min	Non toxique à 80.0%
Test de toxicité chronique	Brachionus	Croissance de la population	CE 20 - 48h	>90.0%

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 et/ou CE 20 (si calculable)

En rouge : CE 50 < 10% et/ou CE 20 < 1%

Le tableau 5 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë sur la base du seuil à 10%.

**Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats**

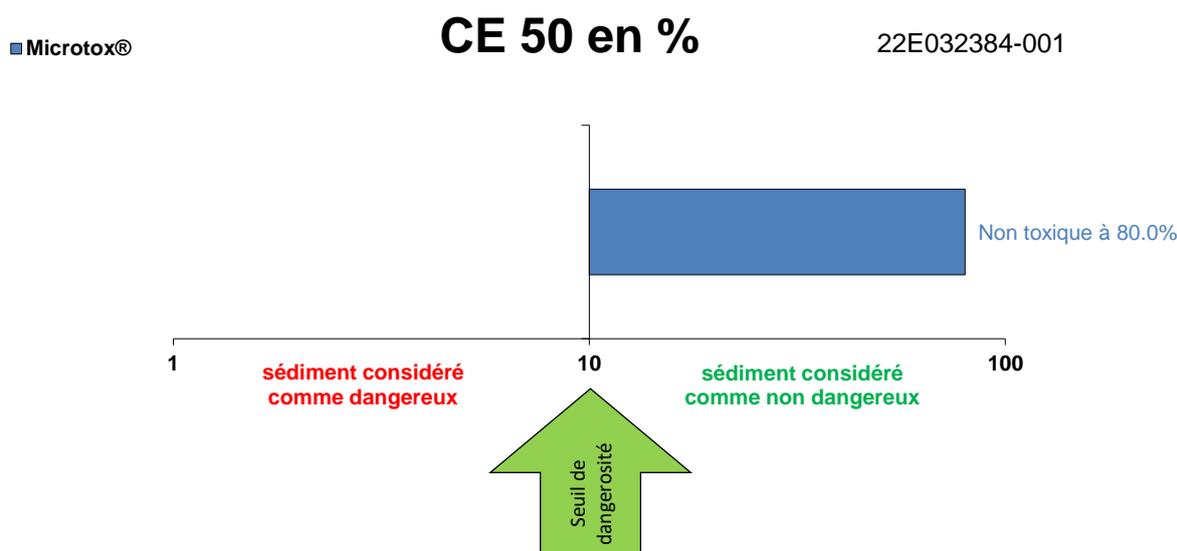
Sédiment	Classement sur la base du test Microtox®	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*
22E032384-001	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 2 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10%.


**Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques**

Le tableau 6 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité chronique sur la base du seuil à 1%.

**Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats**

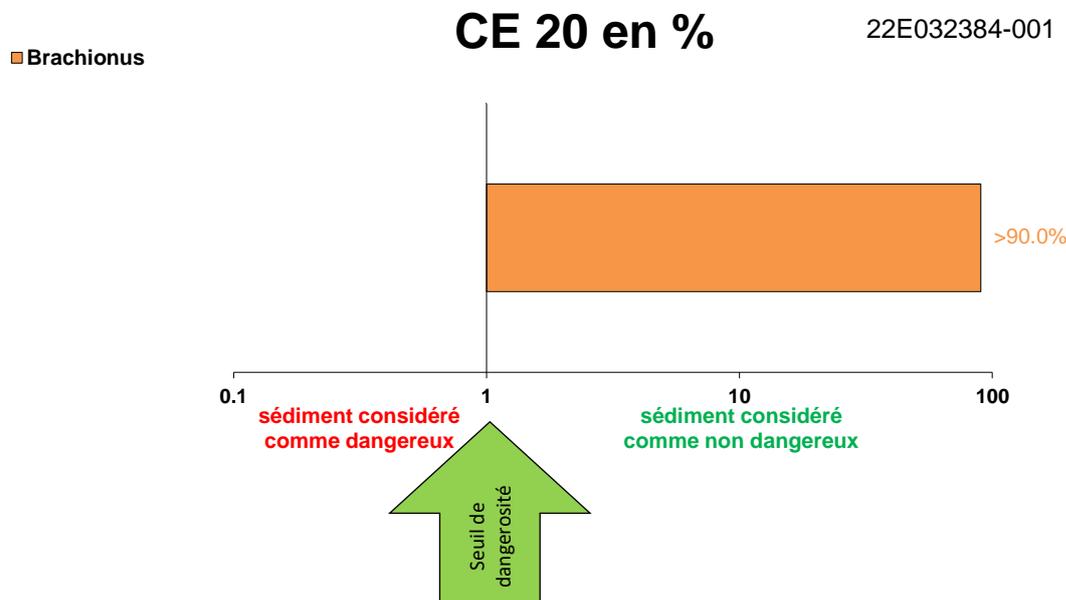
Sédiment	Classement sur la base du test Brachionus	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*
22E032384-001	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 3 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité chronique réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 1%.



**Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques**

#### VI.2.2 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres

Remarque : 51% d'échantillon en équivalent matière sèche (MS) correspond à 100% d'échantillon brut pré-traité.

**Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité**

Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E032384-001
Avoines	Germination	CE 50 - 7j	<b>8.77% de MS (1.43 ; 16.6)</b>
Avoines	Croissance	CE 50 - 14j	11.1% de MS (8.85 ; 15.7)

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 (si calculable)  
 En rouge : CE 50 < 10% de MS

Le tableau 8 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité, en considérant le seuil de 10% de MS.

**Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité**

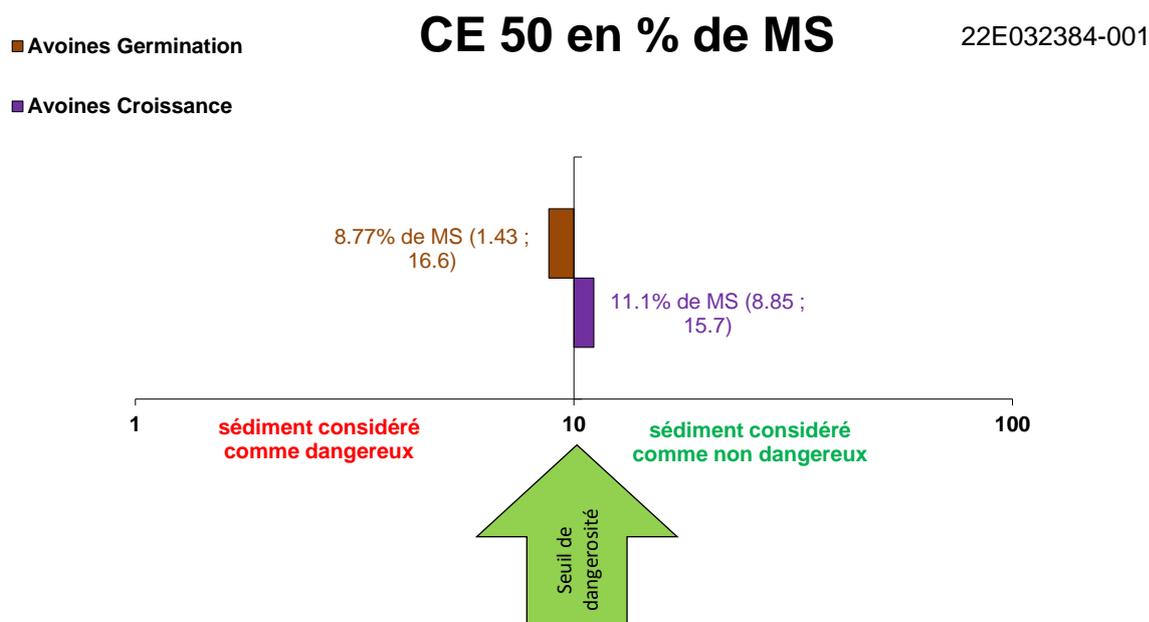
Sédiment	Classement sur la base du test Avoines Germination	Classement sur la base du test Avoines Croissance	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*
22E032384-001	+	-	+

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 4 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10% de MS.



**Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres**

## VII. SYNTHÈSE DES RESULTATS

Le tableau 9 présente les résultats obtenus en termes de classement du sédiment, respectivement en fonction des seuils de dangerosité.

**Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE)**

Sédiment	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*	Synthèse*
22E032384-001	-	-	+	+

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

- \* **Pour le test de toxicité aiguë,** avec un seuil de CE 50 à 10%,

L'échantillon « 22E032384-001 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Microtox®.

- \* **Pour le test de toxicité chronique,** avec un seuil de CE 20 à 1%,

L'échantillon « 22E032384-001 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Brachionus.

- \* **Pour le test de toxicité terrestre,** avec un seuil de CE 50 à 10% de MS,

L'échantillon « 22E032384-001 » est considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le(s) test(s) : ● Avoines Germination

**Dans le cadre du critère HP14 et en fonction des seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE) en 2016, l'échantillon « 22E032384-001 » est considéré comme "dangereux pour l'environnement".**

A Maxéville, le 14 avril 2022

Yvann Foucault, Chargé d'études



## Annexe au rapport d'analyse

**LS08F : Granulométrie laser a pas variable**

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025 COFRAC ESSAIS 1-1488 (portée disponible sur www.cofrac.fr) - Methode interne

Référence de l'échantillon (Matrice) :

22e032384-002 (SED) - Average

Date de l'analyse :

mardi 8 mars 2022 15:02:50

Opérateur :

FPEP

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

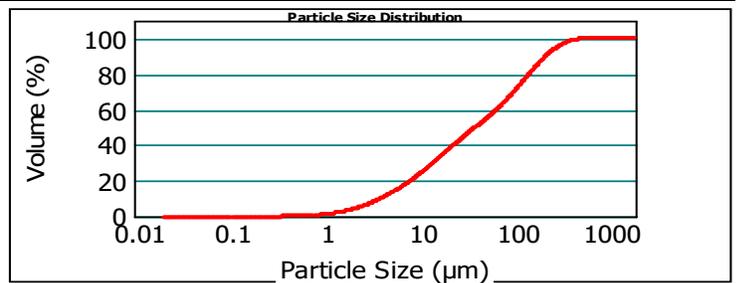
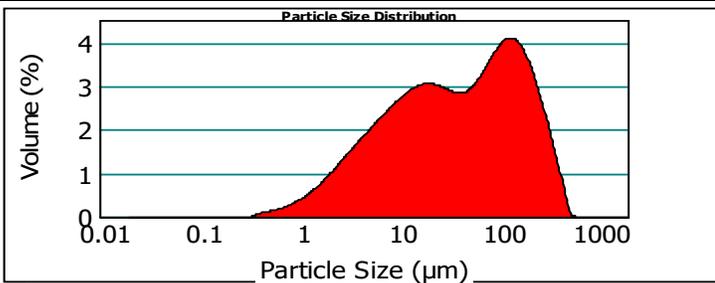
<b>Surface spécifique :</b>	<b>Moyenne :</b>	<b>Médiane :</b>	<b>Variance :</b>	<b>Ecart type :</b>	<b>Rapport moyenne/médiane :</b>	<b>Mode :</b>
0.59 m <sup>2</sup> /g	82.305 µm	39.967 µm	9386.696 µm <sup>2</sup>	96.884 µm	2.059 µm	133.671 µm

**\* Pourcentages cumulés :**

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 4.02%  
 Percentage between 0.02 µm and 20.00 µm : 36.59%  
 Percentage between 0.02 µm and 63.00 µm : 58.71%  
 Percentage between 0.02 µm and 200.00 µm : 87.40%  
 Percentage between 0.02 µm and 2000.00 µm : 100.00%

**Pourcentages relatifs :**

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 4.02%  
 Percentage between 2.00 µm and 20.00 µm : 32.57%  
 Percentage between 20.00 µm and 50.00 µm : 17.59%  
 Percentage between 50.00 µm and 200.00 µm : 33.21%  
*Percentage between 20.00 µm and 63.00 µm : 22.12%*  
*Percentage between 63.00 µm and 200.00 µm : 28.68%*  
 Percentage between 200.00 µm and 2000.00 µm : 12.60%



■ 22e032384-002 (SED) - Average

mardi 8 mars 2022 15:02:50

Size (µm)	Volume In %
0.020	1.17
1.000	2.85
2.000	1.56
2.500	4.49
4.000	5.17
6.000	

Size (µm)	Volume In %
6.000	4.36
8.000	3.75
10.000	7.54
15.000	1.27
16.000	4.44
20.000	

Size (µm)	Volume In %
20.000	7.99
30.000	5.43
40.000	4.17
50.000	4.53
63.000	10.61
100.000	

Size (µm)	Volume In %
100.000	10.75
150.000	7.32
200.000	4.85
250.000	3.19
300.000	3.37
400.000	

Size (µm)	Volume In %
400.000	1.13
500.000	0.07
600.000	0.00
800.000	0.00
900.000	0.00
1000.000	

Size (µm)	Volume In %
1000.000	0.00
1500.000	0.00
2000.000	

Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00
1.000	1.17
2.000	4.02
2.500	5.58
4.000	10.07

Size (µm)	Vol Under %
6.000	15.24
8.000	19.59
10.000	23.34
15.000	30.89
16.000	32.16

Size (µm)	Vol Under %
20.000	36.59
30.000	44.59
40.000	50.02
50.000	54.19
63.000	58.71

Size (µm)	Vol Under %
100.000	69.32
150.000	80.08
200.000	87.40
250.000	92.25
300.000	95.44

Size (µm)	Vol Under %
400.000	98.80
500.000	99.93
600.000	100.00
800.000	100.00
900.000	100.00

Size (µm)	Vol Under %
1000.000	100.00
1500.000	100.00
2000.000	100.00

Paramètre d'analyse

<b>Type d'instrument :</b>	Malvern Mastersizer 2000	<b>Durée d'analyse :</b>	2 X 30 secondes
<b>Gamme de mesure :</b>	Préparateur Hydro MU 0.020 µm à 2000 µm	<b>Indice de réfraction :</b>	1.33
<b>Logiciel :</b>	Malvern Application 5.60	<b>Liquide :</b>	Water 800 mL
<b>Modèle optique :</b>	Fraunhofer	<b>Obscuracion :</b>	6.93 %
<b>Vitesse de la pompe :</b>	3000 rpm	<i>- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure</i>	

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale, en complément du rapport d'analyse auquel il est annexé. Il comporte 1 page. Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**  
**Département Environnement**  
5 rue d'Otterswiller  
67700 SAVERNE  
**FRANCE**

---

## RAPPORT D'ANALYSE

---

N° de rapport d'analyse : AR-22-IY-004651-01

Version du : 02/05/2022

Page 1/2

Dossier N° : 22G001065

Date de réception : 24/02/2022

Référence bon de commande : EUFRSA200119001

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
002	Sédiments	22E032384-002 / La Londe 2	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée : l'échantillon est considéré hors délai et les résultats seront rendus avec réserves.

<b>Prélèvement effectué par (1)</b>	Prélevé par vos soins	<b>Date de réception</b>	24/02/2022 10:57
<b>Date de prélèvement</b>	Non communiquée	<b>Début d'analyse</b>	31/03/2022

**Ecotoxicologie continentale**

	Résultat	Unité
<b>IX00A : Test Brachionus</b> Prestation réalisée par nos soins		
Technique [Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus calyciflorus en 48 h] - NF ISO 20666		
Brachionus calyciflorus CE20/48h	-	% (CE 20)
Brachionus calyciflorus CE50/48h	-	% (CE 50)
<b>IY00Q : Test Microtox sur éluat</b> Prestation réalisée par nos soins		
Technique [Essais de toxicité aiguë sur bactéries luminescentes] - NF EN ISO 11348-3		
Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	-	% (CE 50)
<b>IY00H : Lixiviation</b> Prestation réalisée par nos soins		
Lixiviation - NF EN 12457-2		
<b>IX248 : Test plantes émergence et croissance - 1 semence</b> Prestation réalisée par nos soins		
Technique [Détermination des effets des polluants sur la flore du sol] - NF ISO 11269-2		
<b>IY0RS : Rapport critère HP 14</b> Prestation réalisée par nos soins	voir rapport joint	
Guide INERIS-Classification réglementaire déchets		
<b>Divers</b>		
	Résultat	Unité
<b>IY031 : Tamisage, centrifugation</b> Prestation réalisée par nos soins		
Technique -	-	g/kg



**Yvann Foucault**  
Study Manager

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu.

Pour déclarer, ou non, la conformité à la spécification, il n'a pas été tenu explicitement compte de l'incertitude associée au résultat. Tous les éléments de traçabilité, ainsi que les incertitudes de mesure, sont disponibles sur demande.

Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

(1) Données fournies par le client qui ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Lors de l'émission d'une nouvelle version de rapport, toute modification est identifiée par une mise en forme gras, italique et souligné ou notifiée dans les observations.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT France**

Adresse : 5 Rue d'Otterswiller - F-67700 Saverne

***EVALUATION SUIVANT LE CRITERE HP14  
DE L'ECOTOXICITE D'UN ECHANTILLON  
SEDIMENT***

***REFERENCE : « 22E032384-002 »***

**Rapport d'analyses n°22VF8E-0690 du 02/05/2022**

# SOMMAIRE

<b>I.</b>	<b>PRESENTATION DE L'ECHANTILLON</b>	<b>Page 4</b>
<b>II.</b>	<b>VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14*</b>	<b>Page 4</b>
<b>III.</b>	<b>PREPARATION DES ELUATS</b>	<b>Page 5</b>
<b>IV.</b>	<b>DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE</b>	<b>Page 6</b>
IV.1	DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2	TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2.1	<i>Test de toxicité aiguë</i>	<b>Page 6</b>
IV.2.2	<i>Test de toxicité chronique</i>	<b>Page 6</b>
IV.3	TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES	<b>Page 7</b>
IV.3.1	<i>Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (Avena sativa, NF EN ISO 11269-2, 2013)</i>	<b>Page 7</b>
<b>V.</b>	<b>DATES DES DIFFERENTES ETAPES</b>	<b>Page 7</b>
<b>VI.</b>	<b>CARACTERISATION DU SEDIMENT</b>	<b>Page 8</b>
VI.1	PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES	<b>Page 8</b>
VI.2	RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	<b>Page 8</b>
VI.2.1	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques</i>	<b>Page 8</b>
VI.2.2	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres</i>	<b>Page 10</b>
<b>VII.</b>	<b>SYNTHESE DES RESULTATS</b>	<b>Page 11</b>

### **Liste des tableaux :**

- Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon
- Tableau 2. Dates des tests de toxicité
- Tableau 3. Préparation des éluats
- Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats
- Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats
- Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats
- Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité
- Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité
- Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE)

### **Liste des figures :**

- Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments
- Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques
- Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques
- Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres

## I. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé « 22E032384-002 » réceptionné le 24/02/2022 de siccité égale à 71%.

Date de prélèvement : Non communiquée.

Référence Eurofins Ecotoxicologie France : 22G001065-002.

*Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.*

## II. VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14\*

*\* anciennement appelé critère H14.*

Dans le domaine des déchets, le conseil des communautés européennes a défini 15 propriétés qui rendent les déchets dangereux dont la propriété écotoxique : le critère H14 (Directive européenne 91/689 relative aux déchets dangereux, 1991) repris en droit français par le décret n°97-517 du 15 mai 1997 relatif à la classification des déchets dangereux.

Le groupe de travail « Dangerosité des sédiments », piloté par le Ministère en charge de l'Environnement, a défini en 2009, dans le cadre de l'application de la Directive Cadre sur les Déchets, un protocole permettant l'évaluation de la dangerosité des sédiments marins et continentaux au titre de la propriété HP 14. Après tamisage et centrifugation, la caractérisation biologique des sédiments requiert 2 approches différentes et complémentaires :

- approche directe : étude sur des extraits solides.
- approche indirecte : étude sur des extraits liquides – ou éluats obtenus par lixiviation.

Les essais réalisés sont ceux proposés dans le rapport INERIS-DRC-15-149793-06416A réalisé pour le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) – « Classification réglementaire des déchets - Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité » pour la mesure du paramètre HP14 sur sédiments marins et continentaux (4 février 2016).

**Les seuils de dangerosité proposés par le critère HP14 sont les suivants :**

- **Pour la toxicité sur éluats issus de la lixiviation d'un sédiment, le seuil pour les tests aigus est de 10% pour la CE 50 et pour les tests chroniques, de 1% pour la CE 20.**
- **Pour les tests sur extraits solides, le seuil est de 10% en équivalent matière sèche pour la CE 50.**

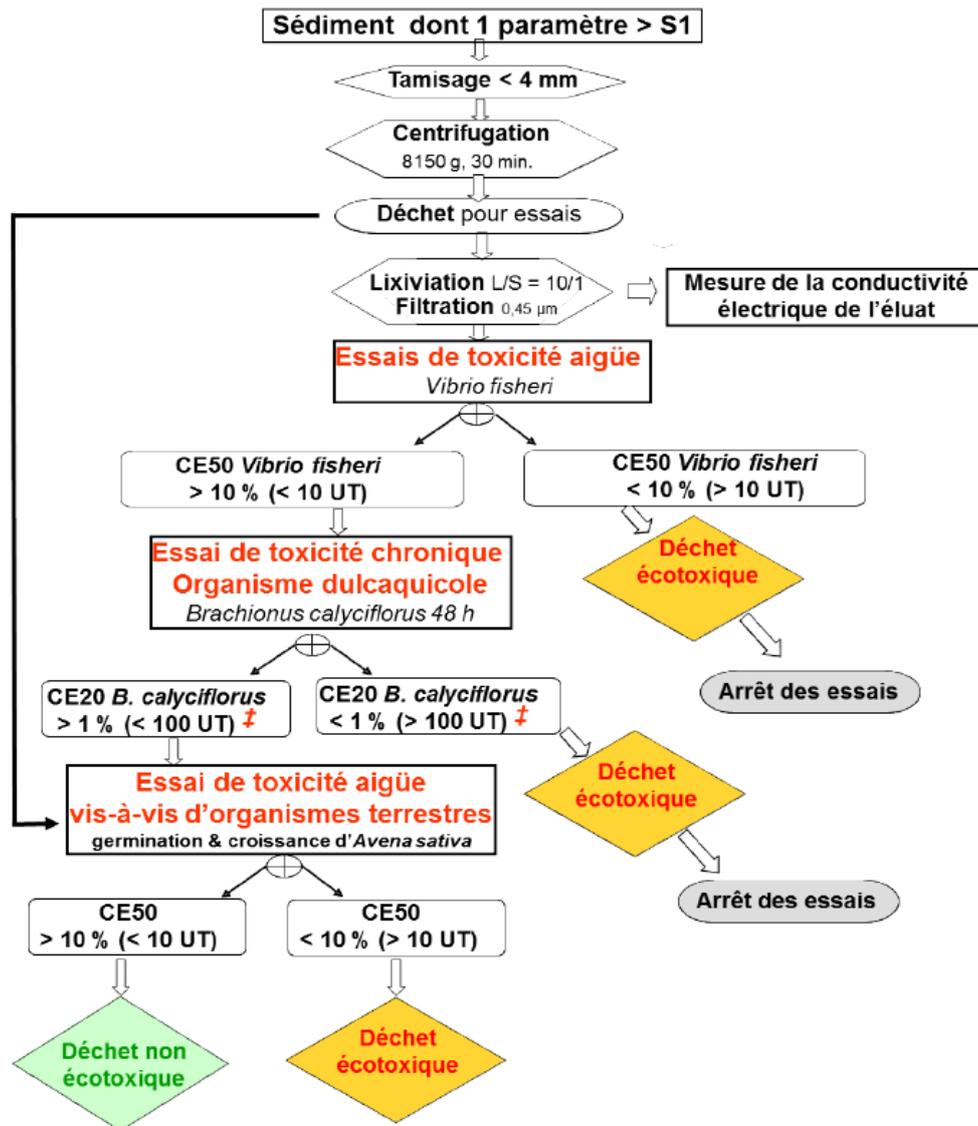


Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments

### III. PREPARATION DES ELUATS

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

1. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
2. Agitation 24 heures, par retournement (10 tours/min),
3. Séparation des phases liquide et solide par décantation pendant 15 minutes (si la décantation est inefficace, centrifugation 3000 tours/min, 10 min),
4. Filtration de l'éluat à 0,45 µm,
5. Ajustement du pH entre 5,5 et 8,5 à l'aide de HNO<sub>3</sub> (65%) ou de NaOH (1N),
6. Réalisation des tests biologiques :
  - Microtox® et Brachionus sur l'éluat filtré à 0,45 µm.

Les éluats sont ensuite conservés à l'obscurité à une température de 5 °C +/- 3 et sont utilisés pour les tests biologiques de toxicité dans les 15 jours de leur production.

## IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

### IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES

CE X-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X% de la population après un temps T.

### IV.2 TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES

#### IV.2.1 Test de toxicité aiguë

Test d'inhibition de la luminescence sur des 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 *Photobacterium phosphoreum*). Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 5, 15 à 30 minutes inhibe 50% de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par CE 50–T, T représentant le temps de contact des bactéries avec l'échantillon.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 2.

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

Fournisseur de la souche lyophilisée : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 50 : Logiciel Microtox-Omni.

Essai sur substances de référence réalisé à chaque série analytique \* :

- Heptahydrate de sulfate de zinc ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ).
- 3,5-dichlorophénol ( $C_6H_4Cl_2O$ ).
- Dichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ).

\* : L'essai se fait  
seulement sur 1  
substance de référence  
parmi les 3 possibles.

#### IV.2.2 Test de toxicité chronique

Test d'inhibition de la reproduction sur des rotifères (*Brachionus calyciflorus*, NF ISO 20666, 2009)

De jeunes femelles *Brachionus calyciflorus* (*Monogota*, *Rotifera*), âgées de moins de 2 heures au début de l'essai, sont exposées individuellement pendant une période de 48 heures 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. La concentration d'échantillon inhibant 20% de la croissance populationnel est alors déterminée (CE 20).

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 8.

Organisme d'essai : *Brachionus calyciflorus*.

Fournisseur des sporocystes déshydratés : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 20 : Modèle logistique basé sur l'équation de Hill (macro Regtox\_ev6.6.2.xls).

Essai sur substances de référence réalisé une fois par mois : Pentahydrate de sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).

### IV.3 TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES

#### IV.3.1 Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (*Avena sativa*, NF EN ISO 11269-2, 2013)

Les échantillons de sédiment sont dilués avec le milieu ISO (mélange de 70% de sable de Fontainebleau, 20% de kaolinite et 10% de sphaigne). Les différentes graines d'avoine sont plantées dans les dilutions. Dix graines d'avoine (*Avena sativa*) sont introduits par dilution.

L'essai se déroule en 2 étapes :

- un essai préliminaire de 7 jours qui permet d'étudier l'effet de différentes concentrations comprises entre 1 et 100% d'échantillon.
- un essai définitif pour lequel une série de 5 dilutions est réalisée (en se plaçant aux bornes des dilutions pour lesquelles l'émergence passait de 0 à 100% lors de l'essai préliminaire).

L'émergence et la croissance de l'avoine 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. Après 14 jours, la biomasse de chaque dilution est quantifiée par pesée. La concentration d'échantillon (en équivalent matière sèche) inhibant 50% de la germination et de la croissance est alors déterminée (CE 50).

Méthode de calcul de la CE 50 : Modèle statistique Log-Probit sur le logiciel Toxcalc.

## V. DATES DES DIFFERENTES ETAPES

**Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon**

Etapes	Dates
Tamissage à 4mm	14/03/2022
Centrifugation à 8150 g	14/03/2022
Lixiviation	14/03/2022
Centrifugation à 3000 tours/min	16/03/2022
Filtration à 0,45 µm	16/03/2022

**Tableau 2. Dates des tests de toxicité**

Tests	Dates des essais définitifs	Échantillon congelé avant analyse
Microtox®	01/04/2022	Oui
Brachionus	29/03/2022	Oui
Avoines	14/04/2022	

## VI. CARACTERISATION DU SEDIMENT

### VI.1 PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES

Teneur en eau de l'échantillon brut : 29%

Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation à 8150 g : 25%

↳ Conductivité de l'eaux interstitielles obtenus : 55000  $\mu\text{S}/\text{cm}$

Le tableau ci-dessous regroupe les difficultés rencontrées lors de la préparation des éluats et les paramètres physico-chimiques de ces derniers.

**Tableau 3. Préparation des éluats**

Eluats	22E032384-002
Difficultés de filtration	Oui, centrifugation à 3500 tours/min pendant 30 minutes
pH de l'éluat	8.2
Ajustement du pH de l'éluat	Non
Oxygène dissous (mg/L) de l'éluat	6.6
Conductivité ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) de l'éluat	3400

### VI.2 RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

#### VI.2.1 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques

**Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats**

Sédiment	Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E032384-002
Test de toxicité aiguë	Microtox®	Inhibition de la luminescence	CE 50 - 5min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 15min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 30min	Non toxique à 80.0%
Test de toxicité chronique	Brachionus	Croissance de la population	CE 20 - 48h	16.7% (4.44 ; 46.3)

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 et/ou CE 20 (si calculable)

En rouge : CE 50 < 10% et/ou CE 20 < 1%

Le tableau 5 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë sur la base du seuil à 10%.

**Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats**

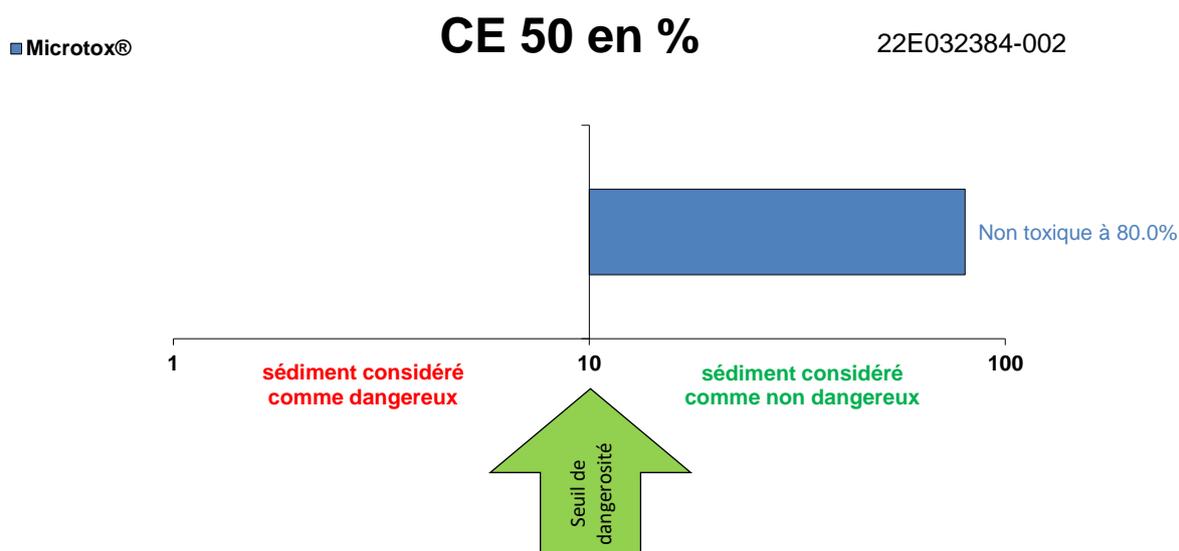
Sédiment	Classement sur la base du test Microtox®	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*
22E032384-002	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 2 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10%.



**Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques**

Le tableau 6 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité chronique sur la base du seuil à 1%.

**Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats**

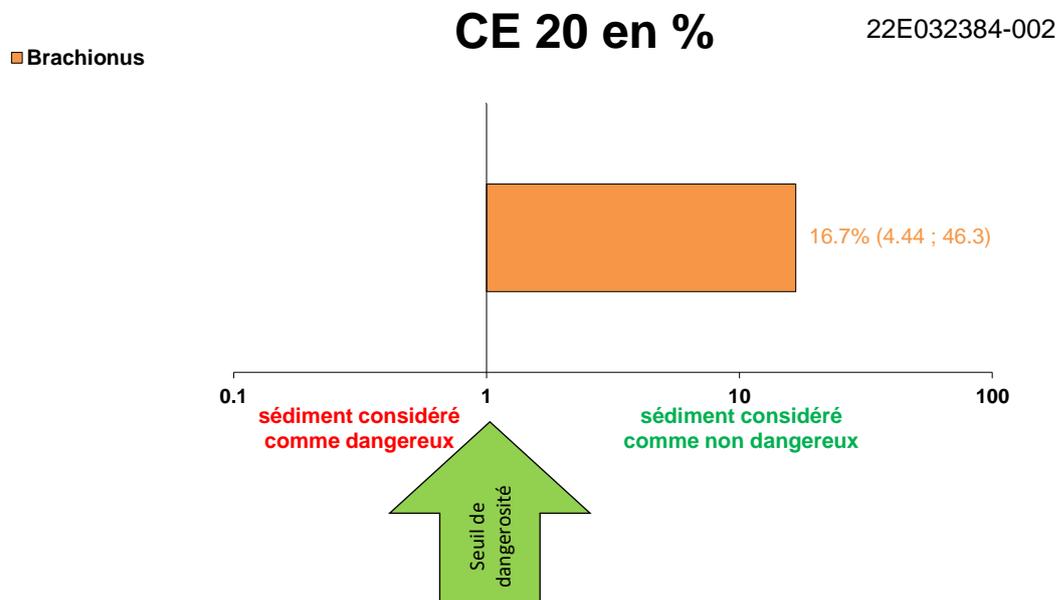
Sédiment	Classement sur la base du test Brachionus	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*
22E032384-002	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 3 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité chronique réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 1%.



**Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques**

#### VI.2.2 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres

Remarque : 75% d'échantillon en équivalent matière sèche (MS) correspond à 100% d'échantillon brut pré-traité.

**Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité**

Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E032384-002
Avoines	Germination	CE 50 - 7j	10.1% de MS (3.52 ; 20.4)
Avoines	Croissance	CE 50 - 14j	<b>8.87% de MS (5.32 ; 13.9)</b>

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 (si calculable)  
 En rouge : CE 50 < 10% de MS

Le tableau 8 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité, en considérant le seuil de 10% de MS.

**Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité**

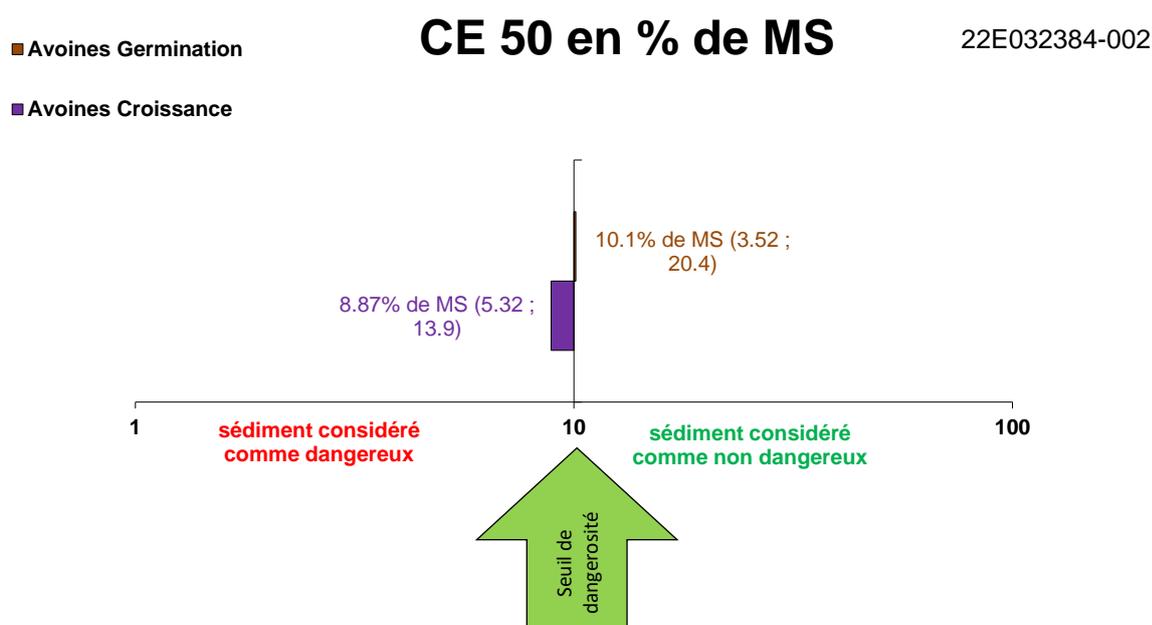
Sédiment	Classement sur la base du test Avoines Germination	Classement sur la base du test Avoines Croissance	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*
22E032384-002	-	+	+

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 4 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10% de MS.


**Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres**

## VII. SYNTHÈSE DES RESULTATS

Le tableau 9 présente les résultats obtenus en termes de classement du sédiment, respectivement en fonction des seuils de dangerosité.

**Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE)**

Sédiment	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*	Synthèse*
22E032384-002	-	-	+	+

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

- \* **Pour le test de toxicité aiguë,** avec un seuil de CE 50 à 10%,

L'échantillon « 22E032384-002 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Microtox®.

- \* **Pour le test de toxicité chronique,** avec un seuil de CE 20 à 1%,

L'échantillon « 22E032384-002 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Brachionus.

- \* **Pour le test de toxicité terrestre,** avec un seuil de CE 50 à 10% de MS,

L'échantillon « 22E032384-002 » est considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le(s) test(s) : ● Avoines Croissance

**Dans le cadre du critère HP14 et en fonction des seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE) en 2016, l'échantillon « 22E032384-002 » est considéré comme "dangereux pour l'environnement".**

A Maxéville, le 02 mai 2022

Yvann Foucault, Chargé d'études



# Annexe au rapport d'analyse

## LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

Référence de l'échantillon (Matrice) :

22e032384-003 (SED) - Average

Date de l'analyse :

vendredi 4 mars 2022 11:41:43

NF EN ISO/IEC 17025 COFRAC ESSAIS 1-1488 (portée disponible sur www.cofrac.fr) - Methode interne

Opérateur :

FPEP

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

### Données statistique

Surface spécifique : Moyenne : Médiane : Variance : Ecart type : Rapport moyenne/médiane : Mode :

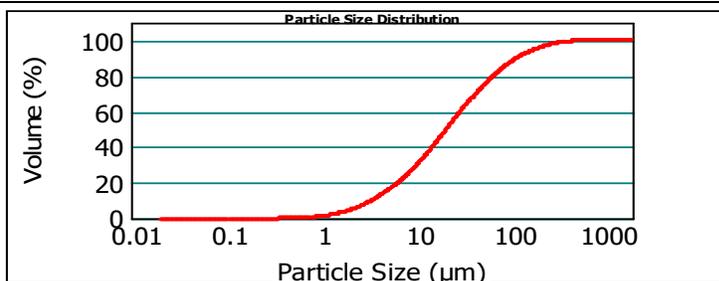
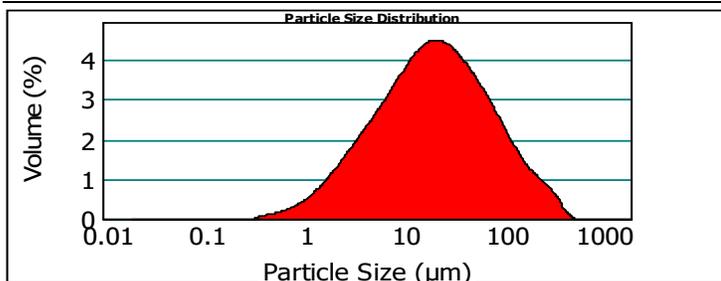
0.714 m<sup>2</sup>/g 45.671 µm 21.411 µm 4231.397 µm<sup>2</sup> 65.049 µm 2.133 µm 22.365 µm

### \* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 4.58%  
 Percentage between 0.02 µm and 20.00 µm : 48.00%  
 Percentage between 0.02 µm and 63.00 µm : 78.86%  
 Percentage between 0.02 µm and 200.00 µm : 95.82%  
 Percentage between 0.02 µm and 2000.00 µm : 100.00%

### Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 4.58%  
 Percentage between 2.00 µm and 20.00 µm : 43.41%  
 Percentage between 20.00 µm and 50.00 µm : 25.50%  
 Percentage between 50.00 µm and 200.00 µm : 22.32%  
 Percentage between 20.00 µm and 63.00 µm : 30.86%  
 Percentage between 63.00 µm and 200.00 µm : 16.96%  
 Percentage between 200.00 µm and 2000.00 µm : 4.18%



22e032384-003 (SED) - Average

vendredi 4 mars 2022 11:41:43

Size (µm)	Volume In %										
0.020	1.26	6.000	5.67	20.000	11.84	100.000	5.43	400.000	0.30	1000.000	0.00
1.000	3.33	8.000	5.03	30.000	7.96	150.000	2.69	500.000	0.01	1500.000	0.00
2.000	1.88	10.000	10.52	40.000	5.69	200.000	1.62	600.000	0.00	2000.000	0.00
2.500	5.53	15.000	1.81	50.000	5.36	250.000	1.08	800.000	0.00		
4.000	6.52	16.000	6.44	63.000	8.84	300.000	1.17	900.000	0.00		
6.000		20.000		100.000		400.000		1000.000			

Size (µm)	Vol Under %										
0.020	0.00	6.000	18.52	20.000	48.00	100.000	87.69	400.000	99.68	1000.000	100.00
1.000	1.26	8.000	24.18	30.000	59.84	150.000	93.13	500.000	99.99	1500.000	100.00
2.000	4.58	10.000	29.22	40.000	67.80	200.000	95.82	600.000	100.00	2000.000	100.00
2.500	6.47	15.000	39.74	50.000	73.50	250.000	97.44	800.000	100.00		
4.000	12.00	16.000	41.55	63.000	78.86	300.000	98.51	900.000	100.00		

### Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000      Durée d'analyse : 2 X 30 secondes

Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU      Indice de réfraction : 1.33

Logiciel : Malvern Application 5.60      Liquide : Water 800 mL

Modèle optique : Fraunhofer      Obscuracion : 7.28 %

Vitesse de la pompe : 3000 rpm

- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale, en complément du rapport d'analyse auquel il est annexé. Il comporte 1 page. Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

EUROFINS Analyses pour l'Environnement France - Site de Saverne  
 5, rue d'Otterswiller 67700 SAVERNE -  
 Telephone 03 88 911 911 - Fax : 03 88 91 65 31 - Site Web : www.euofins.fr/env  
 SAS au capital de 1 632 800 € - APE 7120B - RCS Saverne 422 998 971

## Annexe au rapport d'analyse

### LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

Référence de l'échantillon (Matrice) :

22e032384-004 (SED) - Average

Date de l'analyse :

vendredi 4 mars 2022 11:35:53

NF EN ISO/IEC 17025 COFRAC ESSAIS 1-1488 (portée disponible sur www.cofrac.fr) - Methode interne

Opérateur :

FPEP

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

#### Données statistique

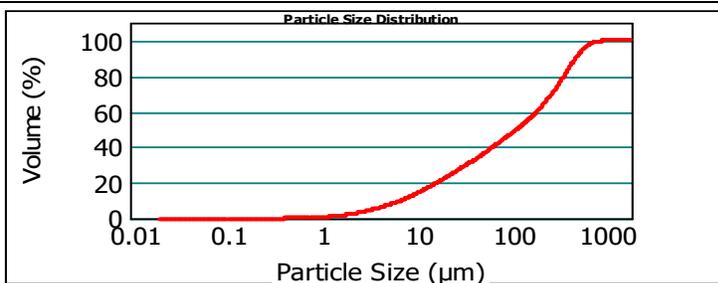
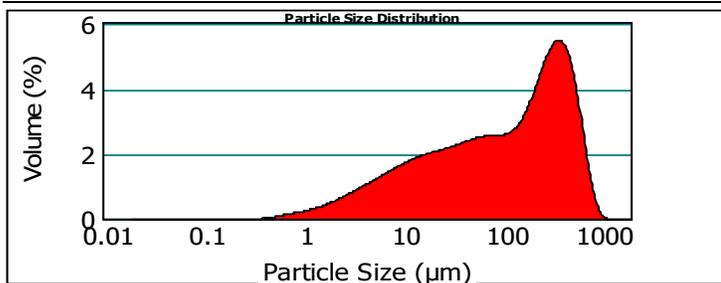
Surface spécifique : Moyenne : Médiane : Variance : Ecart type : Rapport moyenne/médiane : Mode :  
 0.342 m<sup>2</sup>/g 199.969 µm 121.580 µm 42618.848 µm<sup>2</sup> 206.443 µm 1.644 µm 381.989 µm

#### \* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 2.15%  
 Percentage between 0.02 µm and 20.00 µm : 21.85%  
 Percentage between 0.02 µm and 63.00 µm : 38.94%  
 Percentage between 0.02 µm and 200.00 µm : 59.85%  
 Percentage between 0.02 µm and 2000.00 µm : 100.00%

#### Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 2.15%  
 Percentage between 2.00 µm and 20.00 µm : 19.70%  
 Percentage between 20.00 µm and 50.00 µm : 13.33%  
 Percentage between 50.00 µm and 200.00 µm : 24.67%  
 Percentage between 20.00 µm and 63.00 µm : 17.08%  
 Percentage between 63.00 µm and 200.00 µm : 20.92%  
 Percentage between 200.00 µm and 2000.00 µm : 40.15%



22e032384-004 (SED) - Average

vendredi 4 mars 2022 11:35:53

Size (µm)	Volume In %										
0.020	0.60	6.000	2.62	20.000	5.60	100.000	7.10	400.000	7.70	1000.000	0.06
1.000	1.55	8.000	2.31	30.000	4.25	150.000	6.08	500.000	5.14	1500.000	0.00
2.000	0.84	10.000	4.76	40.000	3.48	200.000	5.93	600.000	4.48	2000.000	
2.500	2.47	15.000	0.81	50.000	3.76	250.000	5.75	800.000	0.71		
4.000	2.98	16.000	2.90	63.000	7.74	300.000	10.19	900.000	0.19		
6.000		20.000		100.000		400.000		1000.000			

Size (µm)	Vol Under %										
0.020	0.00	6.000	8.45	20.000	21.85	100.000	46.67	400.000	81.73	1000.000	99.94
1.000	0.60	8.000	11.07	30.000	27.45	150.000	53.78	500.000	89.43	1500.000	100.00
2.000	2.15	10.000	13.38	40.000	31.70	200.000	59.85	600.000	94.57	2000.000	100.00
2.500	2.99	15.000	18.14	50.000	35.18	250.000	65.78	800.000	99.05		
4.000	5.47	16.000	18.95	63.000	38.94	300.000	71.54	900.000	99.76		

#### Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000      Durée d'analyse : 2 X 30 secondes  
 Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU      Indice de réfraction : 1.33  
 0.020 µm à 2000 µm  
 Logiciel : Malvern Application 5.60      Liquide : Water 800 mL  
 Modèle optique : Fraunhofer      Obscuracion : 8.50 %  
 Vitesse de la pompe : 3000 rpm      - L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale, en complément du rapport d'analyse auquel il est annexé. Il comporte 1 page. Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

EUROFINS Analyses pour l'Environnement France - Site de Saverne  
 5, rue d'Otterswiller 67700 SAVERNE -  
 Telephone 03 88 911 911 - Fax : 03 88 91 65 31 - Site Web : www.euofins.fr/env  
 SAS au capital de 1 632 800 € - APE 7120B - RCS Saverne 422 998 971

**PORT DE LA LONDE LES MAURES****Madame Magali Bayle**

Direction des ports

Capitainerie port Miramar

83250 LA LONDE LES MAURES

---

**RAPPORT D'ANALYSE**

---

**Dossier N° : 22E122008**

Version du : 22/07/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-171369-01

Date de réception technique : 13/06/2022

Première date de réception physique : 10/06/2022

Référence Dossier :

Coordinateur de Projets Clients : Clémence BARTHEL / ClemenceBARTHEL@eurofins.com / +33 3 88 91 19 11

N° Ech	Matrice		Référence échantillon
001	Sol	(SOL)	1
002	Sol	(SOL)	2
003	Sol	(SOL)	3
004	Sol	(SOL)	4

**RAPPORT D'ANALYSE**
**Dossier N° : 22E122008**

Version du : 22/07/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-171369-01

Date de réception technique : 13/06/2022

Première date de réception physique : 10/06/2022

Référence Dossier :

N° Echantillon	001	002	003	004
Référence client :	1	2	3	4
Matrice :	SOL	SOL	SOL	SOL
Date de prélèvement :				
Date de début d'analyse :	14/06/2022	14/06/2022	14/06/2022	14/06/2022
Température de l'air de l'enceinte :	21.5°C	21.5°C	21.5°C	21.5°C

**Sous-traitance | Eurofins Ecotoxicologie France**

Y0RS : <b>Rapport critère HP 14</b>		voir rapport joint	voir rapport joint	voir rapport joint	voir rapport joint
Y031 : <b>Tamissage, centrifugation</b>	g/kg	-	-	-	-
Y00H : <b>Lixiviation</b>		-	-	-	-
Y00Q : <b>Test Microtox sur éluat</b>					
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	% (CE 50)	-	-	-	-
Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	% (CE 50)	-	-	-	-
Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	% (CE 50)	-	-	-	-
IX00A : <b>Test Brachionus</b>					
Brachionus calyciflorus CE20/48h	% (CE 20)	-	-	-	-
Brachionus calyciflorus CE50/48h	% (CE 50)	-	-	-	-
IX248 : <b>Test plantes émergence et croissance - 1 semence</b>	% (CE 50)	-	-	-	-

D : détecté / ND : non détecté  
z2 ou (2) : zone de contrôle des supports

Observations	N° Ech	Réf client
Date de prélèvement non communiquée : l'échantillon est considéré hors délai et les résultats seront rendus avec réserves.	(001) (002) (003) (004)	1 / 2 / 3 / 4 /

---

**RAPPORT D'ANALYSE**

---

**Dossier N° : 22E122008**

Version du : 22/07/2022

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-171369-01

Date de réception technique : 13/06/2022

Première date de réception physique : 10/06/2022

Référence Dossier :



Aurélie Schaeffer  
Coordinatrice Projets Clients

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 5 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats (la date de prélèvement, la matrice, la référence échantillon et autres informations identifiées comme provenant du client), ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Lors de l'émission d'une nouvelle version de rapport, toute modification est identifiée par une mise en forme gras, italique et souligné ou notifiée en observation  
L'information relative au seuil de détection d'un paramètre n'est pas couverte par l'accréditation Cofrac.

Les résultats précédés du signe < correspondent aux limites de quantification, elles sont la responsabilité du laboratoire et fonction de la matrice.

Tous les éléments de traçabilité et incertitude (déterminée avec  $k = 2$ ) sont disponibles sur demande.

Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

Laboratoire agréé par le ministre chargé de l'environnement - se reporter à la liste des laboratoires sur le site internet de gestion des agréments du ministère chargé de l'environnement : <http://www.labeau.ecologie.gouv.fr>

Laboratoire agréé pour la réalisation des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux – portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Laboratoire agréé par le gouvernement du Grand-Duché de Luxembourg pour l'accomplissement de tâches techniques d'étude et de vérification dans le domaine de l'environnement – Détail disponible sur demande

## Annexe technique

**Dossier N° :22E122008**

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-171369-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

**Sol**

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Incertitude à la LQ	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
IX00A	Test Brachionus  Brachionus calyciflorus CE20/48h Brachionus calyciflorus CE50/48h	Technique [Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus calyciflorus en 48 h] - NF ISO 20666			% (CE 20) % (CE 50)	Prestation soustraite à EUROFINS ECOTOXICOLOGIE FRANCE
IX248	Test plantes émergence et croissance - 1 semence	Technique [Détermination des effets des polluants sur la flore du sol] - NF ISO 11269-2			% (CE 50)	
IY00H	Lixiviation	Lixiviation - NF EN 12457-2				
IY00Q	Test Microtox sur éluat  Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min) Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min) Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	Technique [Essais de toxicité aigue sur bactéries luminescentes] - NF EN ISO 11348-3			% (CE 50) % (CE 50) % (CE 50)	
IY031	Tamissage, centrifugation	Technique -			g/kg	
IY0RS	Rapport critère HP 14	Guide INERIS-Classification réglementaire déchets				

## Annexe de traçabilité des échantillons

*Cette traçabilité recense les flacons des échantillons scannés dans EOL sur le terrain avant envoi au laboratoire*

**Dossier N° : 22E122008**

N° de rapport d'analyse : AR-22-LK-171369-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

### Sol

N° Ech	Référence Client	Date & Heure Prélèvement	Date de Réception Physique <sup>(1)</sup>	Date de Réception Technique <sup>(2)</sup>	Code-Barre	Nom Flacon
001	1		10/06/2022	13/06/2022		
002	2		10/06/2022	13/06/2022		
003	3		10/06/2022	13/06/2022		
004	4		10/06/2022	13/06/2022		

(1) : Date à laquelle l'échantillon a été réceptionné au laboratoire.

Lorsque l'information n'a pas pu être récupérée, cela est signalé par la mention N/A (non applicable).

(2) : Date à laquelle le laboratoire disposait de toutes les informations nécessaires pour finaliser l'enregistrement de l'échantillon.

**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**  
**Département Environnement**  
5 rue d'Otterswiller  
67700 SAVERNE  
**FRANCE**

---

## RAPPORT D'ANALYSE

---

N° de rapport d'analyse : AR-22-IY-008399-01

Version du : 22/07/2022

Page 1/2

Dossier N° : 22G003472

Date de réception : 15/06/2022

Référence bon de commande : EUFRSA200122103

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
001	Sols	22E122008-001 / 1 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée : l'échantillon est considéré hors délai et les résultats seront rendus avec réserves.

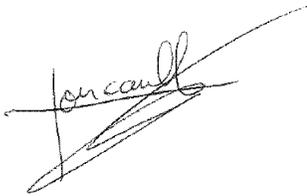
<b>Température de l'air de l'enceinte</b>	7.3°C	<b>Date de réception</b>	15/06/2022 13:23
<b>Prélèvement effectué par (1)</b>	Client	<b>Début d'analyse</b>	15/07/2022
<b>Date de prélèvement</b>	Non communiquée		

**Ecotoxicologie continentale**

	Résultat	Unité
<b>IX00A : Test Brachionus</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus calyciflorus en 48 h] - NF ISO 20666		
Brachionus calyciflorus CE20/48h	-	% (CE 20)
Brachionus calyciflorus CE50/48h	-	% (CE 50)
<b>IY00Q : Test Microtox sur éluat</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Essais de toxicité aigue sur bactéries luminescentes] - NF EN ISO 11348-3		
Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	-	% (CE 50)
<b>IY00H : Lixiviation</b> Prestation réalisée par nos soins Lixiviation - NF EN 12457-2	-	
<b>IX248 : Test plantes émergence et croissance - 1 semence</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Détermination des effets des polluants sur la flore du sol] - NF ISO 11269-2	-	% (CE 50)
<b>IY0RS : Rapport critère HP 14</b> Prestation réalisée par nos soins Guide INERIS-Classification réglementaire déchets	voir rapport joint	

**Divers**

	Résultat	Unité
<b>IY031 : Tamisage, centrifugation</b> Prestation réalisée par nos soins Technique -	-	g/kg



Yvann Foucault  
Study Manager

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu.

Pour déclarer, ou non, la conformité à la spécification, il n'a pas été tenu explicitement compte de l'incertitude associée au résultat. Tous les éléments de traçabilité, ainsi que les incertitudes de mesure, sont disponibles sur demande.

Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

(1) Données fournies par le client qui ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Lors de l'émission d'une nouvelle version de rapport, toute modification est identifiée par une mise en forme gras, italique et souligné ou notifiée dans les observations.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT France**

Adresse : 5 Rue d'Otterswiller - F-67700 Saverne

***EVALUATION SUIVANT LE CRITERE HP14  
DE L'ECOTOXICITE D'UN ECHANTILLON  
SEDIMENT***

***REFERENCE : « 22E122008-001 »***

**Rapport d'analyses n°22VF8E-1079 du 22/07/2022**

Eurofins Ecotoxicologie France  
SAS au capital de 71676 € RCS Nancy 751 056 102 TVA FR 35 751 056 102  
Siège social : Rue Lucien Cuenot site Saint Jacques II BP 51005 54521 MAXEVILLE cedex –  
T 03 83 50 36 17 F 03 83 50 23 70

# SOMMAIRE

<b>I.</b>	<b>PRESENTATION DE L'ECHANTILLON</b>	<b>Page 4</b>
<b>II.</b>	<b>VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14*</b>	<b>Page 4</b>
<b>III.</b>	<b>PREPARATION DES ELUATS</b>	<b>Page 5</b>
<b>IV.</b>	<b>DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE</b>	<b>Page 6</b>
IV.1	DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2	TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2.1	<i>Test de toxicité aiguë</i>	<b>Page 6</b>
IV.2.2	<i>Test de toxicité chronique</i>	<b>Page 6</b>
IV.3	TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES	<b>Page 7</b>
IV.3.1	<i>Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (Avena sativa, NF EN ISO 11269-2, 2013)</i>	<b>Page 7</b>
<b>V.</b>	<b>DATES DES DIFFERENTES ETAPES</b>	<b>Page 7</b>
<b>VI.</b>	<b>CARACTERISATION DU SEDIMENT</b>	<b>Page 8</b>
VI.1	PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES	<b>Page 8</b>
VI.2	RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	<b>Page 8</b>
VI.2.1	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques</i>	<b>Page 8</b>
VI.2.2	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres</i>	<b>Page 10</b>
<b>VII.</b>	<b>SYNTHESE DES RESULTATS</b>	<b>Page 11</b>

### **Liste des tableaux :**

- Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon
- Tableau 2. Dates des tests de toxicité
- Tableau 3. Préparation des éluats
- Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats
- Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats
- Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats
- Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité
- Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité
- Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE)

### **Liste des figures :**

- Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments
- Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques
- Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques
- Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres

## I. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé « 22E122008-001 » réceptionné le 15/06/2022 de siccité égale à 73%.

Date de prélèvement : Non communiquée.

Référence Eurofins Ecotoxicologie France : 22G003472-001.

*Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.*

## II. VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14\*

*\* anciennement appelé critère H14.*

Dans le domaine des déchets, le conseil des communautés européennes a défini 15 propriétés qui rendent les déchets dangereux dont la propriété écotoxique : le critère H14 (Directive européenne 91/689 relative aux déchets dangereux, 1991) repris en droit français par le décret n°97-517 du 15 mai 1997 relatif à la classification des déchets dangereux.

Le groupe de travail « Dangerosité des sédiments », piloté par le Ministère en charge de l'Environnement, a défini en 2009, dans le cadre de l'application de la Directive Cadre sur les Déchets, un protocole permettant l'évaluation de la dangerosité des sédiments marins et continentaux au titre de la propriété HP 14. Après tamisage et centrifugation, la caractérisation biologique des sédiments requiert 2 approches différentes et complémentaires :

- approche directe : étude sur des extraits solides.
- approche indirecte : étude sur des extraits liquides – ou éluats obtenus par lixiviation.

Les essais réalisés sont ceux proposés dans le rapport INERIS-DRC-15-149793-06416A réalisé pour le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) – « Classification réglementaire des déchets - Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité » pour la mesure du paramètre HP14 sur sédiments marins et continentaux (4 février 2016).

**Les seuils de dangerosité proposés par le critère HP14 sont les suivants :**

- **Pour la toxicité sur éluats issus de la lixiviation d'un sédiment, le seuil pour les tests aigus est de 10% pour la CE 50 et pour les tests chroniques, de 1% pour la CE 20.**
- **Pour les tests sur extraits solides, le seuil est de 10% en équivalent matière sèche pour la CE 50.**

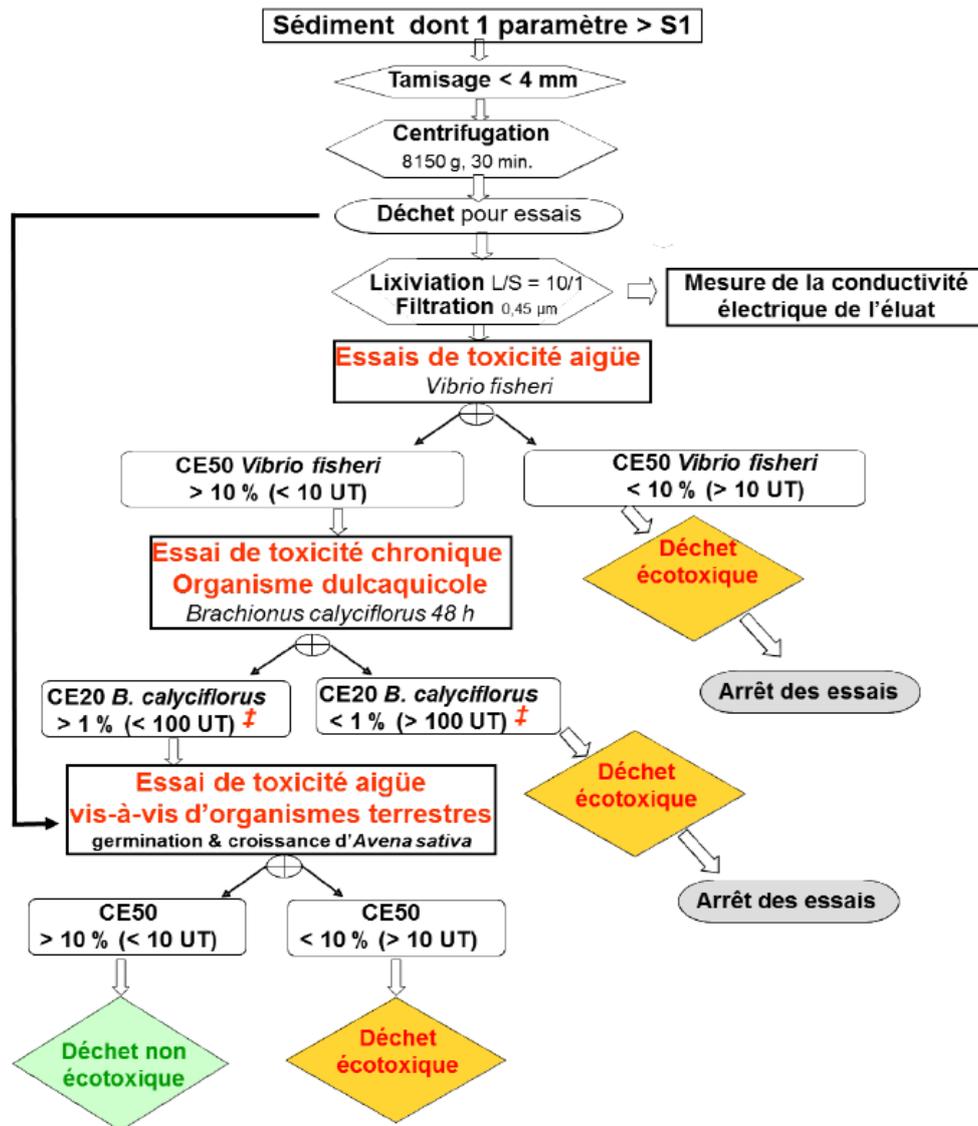


Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments

### III. PREPARATION DES ELUATS

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

1. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
2. Agitation 24 heures, par retournement (10 tours/min),
3. Séparation des phases liquide et solide par décantation pendant 15 minutes (si la décantation est inefficace, centrifugation 3000 tours/min, 10 min),
4. Filtration de l'éluat à 0,45 µm,
5. Ajustement du pH entre 5,5 et 8,5 à l'aide de HNO<sub>3</sub> (65%) ou de NaOH (1N),
6. Réalisation des tests biologiques :
  - Microtox® et Brachionus sur l'éluat filtré à 0,45 µm.

Les éluats sont ensuite conservés à l'obscurité à une température de 5 °C +/- 3 et sont utilisés pour les tests biologiques de toxicité dans les 15 jours de leur production.

## IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

### IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES

CE X-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X% de la population après un temps T.

### IV.2 TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES

#### IV.2.1 Test de toxicité aiguë

Test d'inhibition de la luminescence sur des 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 *Photobacterium phosphoreum*). Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 5, 15 à 30 minutes inhibe 50% de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par CE 50–T, T représentant le temps de contact des bactéries avec l'échantillon.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 2.

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

Fournisseur de la souche lyophilisée : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 50 : Logiciel Microtox-Omni.

Essai sur substances de référence réalisé à chaque série analytique \* :

- Heptahydrate de sulfate de zinc ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ).
- 3,5-dichlorophénol ( $C_6H_4Cl_2O$ ).
- Dichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ).

\* : L'essai se fait  
seulement sur 1  
substance de référence  
parmi les 3 possibles.

#### IV.2.2 Test de toxicité chronique

Test d'inhibition de la reproduction sur des rotifères (*Brachionus calyciflorus*, NF ISO 20666, 2009)

De jeunes femelles *Brachionus calyciflorus* (*Monogota*, *Rotifera*), âgées de moins de 2 heures au début de l'essai, sont exposées individuellement pendant une période de 48 heures 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. La concentration d'échantillon inhibant 20% de la croissance populationnel est alors déterminée (CE 20).

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 8.

Organisme d'essai : *Brachionus calyciflorus*.

Fournisseur des sporocystes déshydratés : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 20 : Modèle logistique basé sur l'équation de Hill (macro Regtox\_ev6.6.2.xls).

Essai sur substances de référence réalisé une fois par mois : Pentahydrate de sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).

### IV.3 TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES

#### IV.3.1 Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (*Avena sativa*, NF EN ISO 11269-2, 2013)

Les échantillons de sédiment sont dilués avec le milieu ISO (mélange de 70% de sable de Fontainebleau, 20% de kaolinite et 10% de sphaigne). Les différentes graines d'avoine sont plantées dans les dilutions. Dix graines d'avoine (*Avena sativa*) sont introduits par dilution.

L'essai se déroule en 2 étapes :

- un essai préliminaire de 7 jours qui permet d'étudier l'effet de différentes concentrations comprises entre 1 et 100% d'échantillon.
- un essai définitif pour lequel une série de 5 dilutions est réalisée (en se plaçant aux bornes des dilutions pour lesquelles l'émergence passait de 0 à 100% lors de l'essai préliminaire).

L'émergence et la croissance de l'avoine 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. Après 14 jours, la biomasse de chaque dilution est quantifiée par pesée. La concentration d'échantillon (en équivalent matière sèche) inhibant 50% de la germination et de la croissance est alors déterminée (CE 50).

Méthode de calcul de la CE 50 : Modèle statistique Log-Probit sur le logiciel Toxcalc.

## V. DATES DES DIFFERENTES ETAPES

**Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon**

Etapes	Dates
Tamissage à 4mm	05/07/2022
Centrifugation à 8150 g	05/07/2022
Lixiviation	12/07/2022
Centrifugation à 3000 tours/min	13/07/2022
Filtration à 0,45 µm	13/07/2022

**Tableau 2. Dates des tests de toxicité**

Tests	Dates des essais définitifs	Échantillon congelé avant analyse
Microtox®	15/07/2022	Non
Brachionus	20/07/2022	Oui
Avoines	05/07/2022	

## VI. CARACTERISATION DU SEDIMENT

### VI.1 PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES

Teneur en eau de l'échantillon brut : 27%

Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation à 8150 g : 25%

↳ Conductivité de l'eaux interstitielles obtenus : 51900 µS/cm

Le tableau ci-dessous regroupe les difficultés rencontrées lors de la préparation des éluats et les paramètres physico-chimiques de ces derniers.

**Tableau 3. Préparation des éluats**

Eluats	22E122008-001
Difficultés de filtration	Oui, centrifugation à 3500 tours/min pendant 30 minutes
pH de l'éluat	8.3
Ajustement du pH de l'éluat	Non
Oxygène dissous (mg/L) de l'éluat	8.1
Conductivité (µS/cm) de l'éluat	3040

### VI.2 RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

#### VI.2.1 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques

**Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats**

Sédiment	Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E122008-001
Test de toxicité aiguë	Microtox®	Inhibition de la luminescence	CE 50 - 5min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 15min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 30min	Non toxique à 80.0%
Test de toxicité chronique	Brachionus	Croissance de la population	CE 20 - 48h	Non toxique à 90.0%

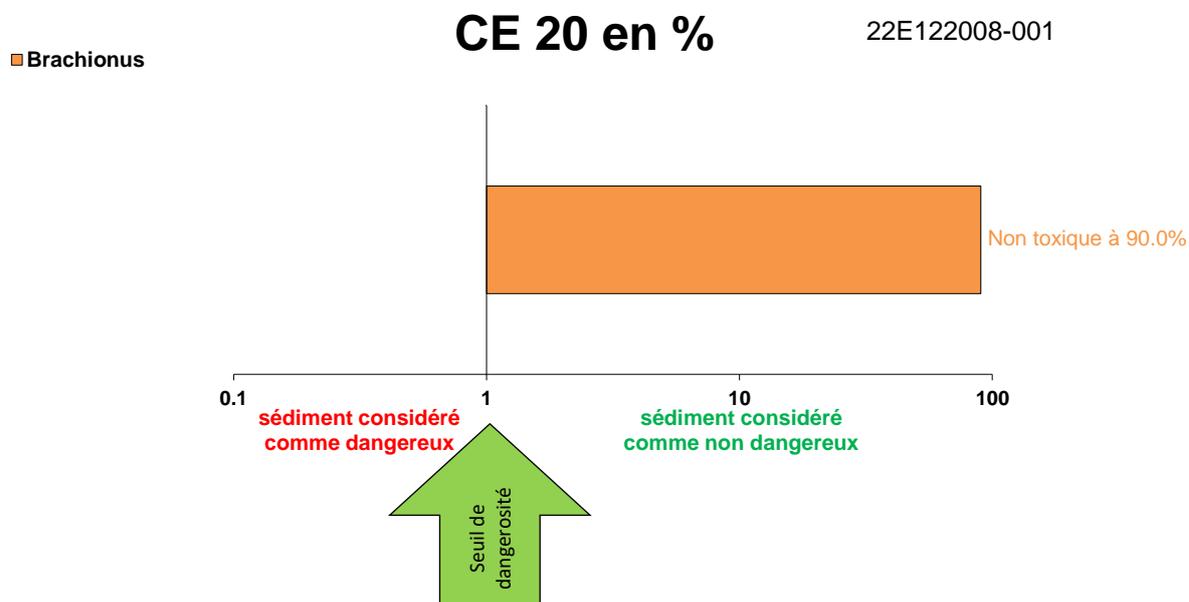
Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 et/ou CE 20 (si calculable)

En rouge : CE 50 < 10% et/ou CE 20 < 1%

Le tableau 5 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë sur la base du seuil à 10%.



La figure 3 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité chronique réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 1%.



**Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques**

#### VI.2.2 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres

Remarque : 75% d'échantillon en équivalent matière sèche (MS) correspond à 100% d'échantillon brut pré-traité.

**Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité**

Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E122008-001
Avoines	Germination	CE 50 - 7j	>60.0% de MS
Avoines	Croissance	CE 50 - 14j	>60.0% de MS

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 (si calculable)  
En rouge : CE 50 < 10% de MS

Le tableau 8 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité, en considérant le seuil de 10% de MS.

**Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité**

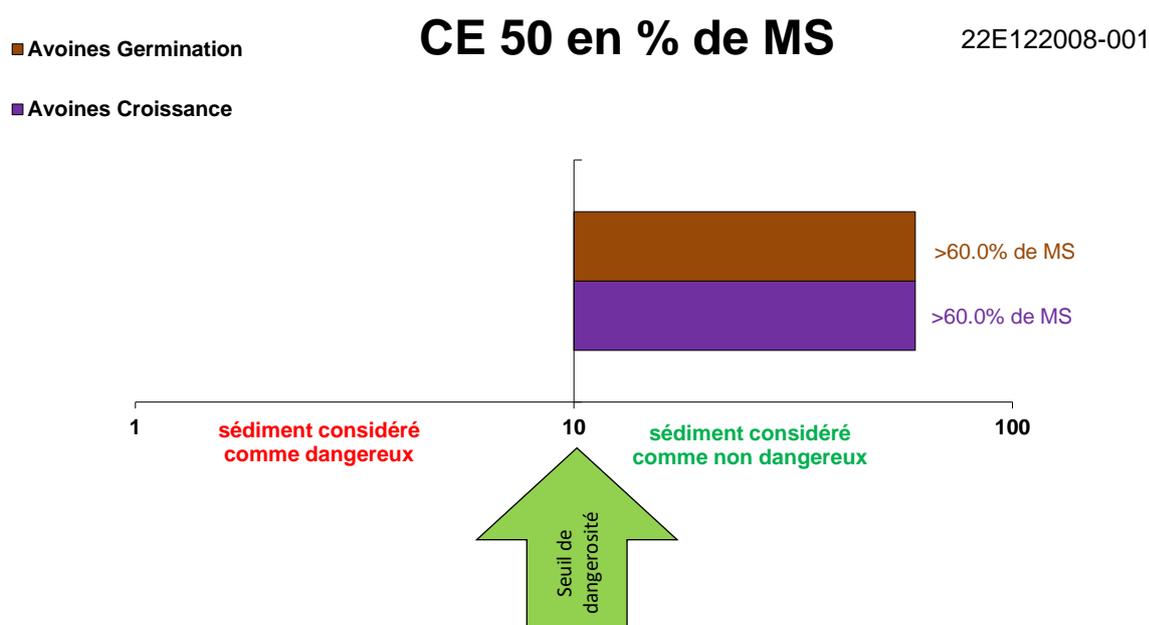
Sédiment	Classement sur la base du test Avoines Germination	Classement sur la base du test Avoines Croissance	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*
22E122008-001	-	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 4 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10% de MS.


**Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres**

## VII. SYNTHÈSE DES RESULTATS

Le tableau 9 présente les résultats obtenus en termes de classement du sédiment, respectivement en fonction des seuils de dangerosité.

**Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE)**

Sédiment	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*	Synthèse*
22E122008-001	-	-	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

- \* **Pour le test de toxicité aiguë,** avec un seuil de CE 50 à 10%,

L'échantillon « 22E122008-001 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Microtox®.

- \* **Pour le test de toxicité chronique,** avec un seuil de CE 20 à 1%,

L'échantillon « 22E122008-001 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Brachionus.

- \* **Pour le test de toxicité terrestre,** avec un seuil de CE 50 à 10% de MS,

L'échantillon « 22E122008-001 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par les tests Avoines Germination et Avoines Croissance.

**Dans le cadre du critère HP14 et en fonction des seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE) en 2016, l'échantillon « 22E122008-001 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement".**

A Maxéville, le 22 juillet 2022

Yvann Foucault, Chargé d'études



**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**  
**Département Environnement**  
5 rue d'Otterswiller  
67700 SAVERNE  
**FRANCE**

---

## RAPPORT D'ANALYSE

---

N° de rapport d'analyse : AR-22-IY-008179-01

Version du : 19/07/2022

Page 1/2

Dossier N° : 22G003472

Date de réception : 15/06/2022

Référence bon de commande : EUFRSA200122103

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
002	Sols	22E122008-002 / 2 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée : l'échantillon est considéré hors délai et les résultats seront rendus avec réserves.

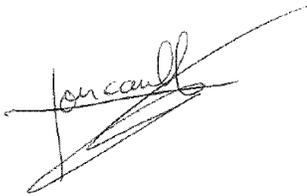
<b>Température de l'air de l'enceinte</b>	7.3°C	<b>Date de réception</b>	15/06/2022 13:23
<b>Prélèvement effectué par (1)</b>	Client	<b>Début d'analyse</b>	15/07/2022
<b>Date de prélèvement</b>	Non communiquée		

**Ecotoxicologie continentale**

	Résultat	Unité
<b>IX00A : Test Brachionus</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus calyciflorus en 48 h] - NF ISO 20666		
Brachionus calyciflorus CE20/48h	-	% (CE 20)
Brachionus calyciflorus CE50/48h	-	% (CE 50)
<b>IY00Q : Test Microtox sur éluat</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Essais de toxicité aigue sur bactéries luminescentes] - NF EN ISO 11348-3		
Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	-	% (CE 50)
<b>IY00H : Lixiviation</b> Prestation réalisée par nos soins Lixiviation - NF EN 12457-2	-	
<b>IX248 : Test plantes émergence et croissance - 1 semence</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Détermination des effets des polluants sur la flore du sol] - NF ISO 11269-2	-	% (CE 50)
<b>IY0RS : Rapport critère HP 14</b> Prestation réalisée par nos soins Guide INERIS-Classification réglementaire déchets	voir rapport joint	

**Divers**

	Résultat	Unité
<b>IY031 : Tamisage, centrifugation</b> Prestation réalisée par nos soins Technique -	-	g/kg



Yvann Foucault  
Study Manager

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu.

Pour déclarer, ou non, la conformité à la spécification, il n'a pas été tenu explicitement compte de l'incertitude associée au résultat. Tous les éléments de traçabilité, ainsi que les incertitudes de mesure, sont disponibles sur demande.

Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

(1) Données fournies par le client qui ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Lors de l'émission d'une nouvelle version de rapport, toute modification est identifiée par une mise en forme gras, italique et souligné ou notifiée dans les observations.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT France**

Adresse : 5 Rue d'Otterswiller - F-67700 Saverne

***EVALUATION SUIVANT LE CRITERE HP14  
DE L'ECOTOXICITE D'UN ECHANTILLON  
SEDIMENT***

***REFERENCE : « 22E122008-002 »***

**Rapport d'analyses n°22VF8E-1050 du 19/07/2022**

Eurofins Ecotoxicologie France  
SAS au capital de 71676 € RCS Nancy 751 056 102 TVA FR 35 751 056 102  
Siège social : Rue Lucien Cuenot site Saint Jacques II BP 51005 54521 MAXEVILLE cedex –  
T 03 83 50 36 17 F 03 83 50 23 70

# SOMMAIRE

<b>I.</b>	<b>PRESENTATION DE L'ECHANTILLON</b>	<b>Page 4</b>
<b>II.</b>	<b>VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14*</b>	<b>Page 4</b>
<b>III.</b>	<b>PREPARATION DES ELUATS</b>	<b>Page 5</b>
<b>IV.</b>	<b>DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE</b>	<b>Page 6</b>
IV.1	DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2	TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2.1	<i>Test de toxicité aiguë</i>	<b>Page 6</b>
IV.2.2	<i>Test de toxicité chronique</i>	<b>Page 6</b>
IV.3	TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES	<b>Page 7</b>
IV.3.1	<i>Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (Avena sativa, NF EN ISO 11269-2, 2013)</i>	<b>Page 7</b>
<b>V.</b>	<b>DATES DES DIFFERENTES ETAPES</b>	<b>Page 7</b>
<b>VI.</b>	<b>CARACTERISATION DU SEDIMENT</b>	<b>Page 8</b>
VI.1	PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES	<b>Page 8</b>
VI.2	RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	<b>Page 8</b>
VI.2.1	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques</i>	<b>Page 8</b>
VI.2.2	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres</i>	<b>Page 10</b>
<b>VII.</b>	<b>SYNTHESE DES RESULTATS</b>	<b>Page 11</b>

### **Liste des tableaux :**

- Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon
- Tableau 2. Dates des tests de toxicité
- Tableau 3. Préparation des éluats
- Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats
- Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats
- Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats
- Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité
- Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité
- Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE)

### **Liste des figures :**

- Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments
- Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques
- Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques
- Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres

## I. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé « 22E122008-002 » réceptionné le 15/06/2022 de siccité égale à 75%.

Date de prélèvement : Non communiquée.

Référence Eurofins Ecotoxicologie France : 22G003472-002.

*Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.*

## II. VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14\*

*\* anciennement appelé critère H14.*

Dans le domaine des déchets, le conseil des communautés européennes a défini 15 propriétés qui rendent les déchets dangereux dont la propriété écotoxique : le critère H14 (Directive européenne 91/689 relative aux déchets dangereux, 1991) repris en droit français par le décret n°97-517 du 15 mai 1997 relatif à la classification des déchets dangereux.

Le groupe de travail « Dangerosité des sédiments », piloté par le Ministère en charge de l'Environnement, a défini en 2009, dans le cadre de l'application de la Directive Cadre sur les Déchets, un protocole permettant l'évaluation de la dangerosité des sédiments marins et continentaux au titre de la propriété HP 14. Après tamisage et centrifugation, la caractérisation biologique des sédiments requiert 2 approches différentes et complémentaires :

- approche directe : étude sur des extraits solides.
- approche indirecte : étude sur des extraits liquides – ou éluats obtenus par lixiviation.

Les essais réalisés sont ceux proposés dans le rapport INERIS-DRC-15-149793-06416A réalisé pour le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) – « Classification réglementaire des déchets - Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité » pour la mesure du paramètre HP14 sur sédiments marins et continentaux (4 février 2016).

**Les seuils de dangerosité proposés par le critère HP14 sont les suivants :**

- **Pour la toxicité sur éluats issus de la lixiviation d'un sédiment, le seuil pour les tests aigus est de 10% pour la CE 50 et pour les tests chroniques, de 1% pour la CE 20.**
- **Pour les tests sur extraits solides, le seuil est de 10% en équivalent matière sèche pour la CE 50.**

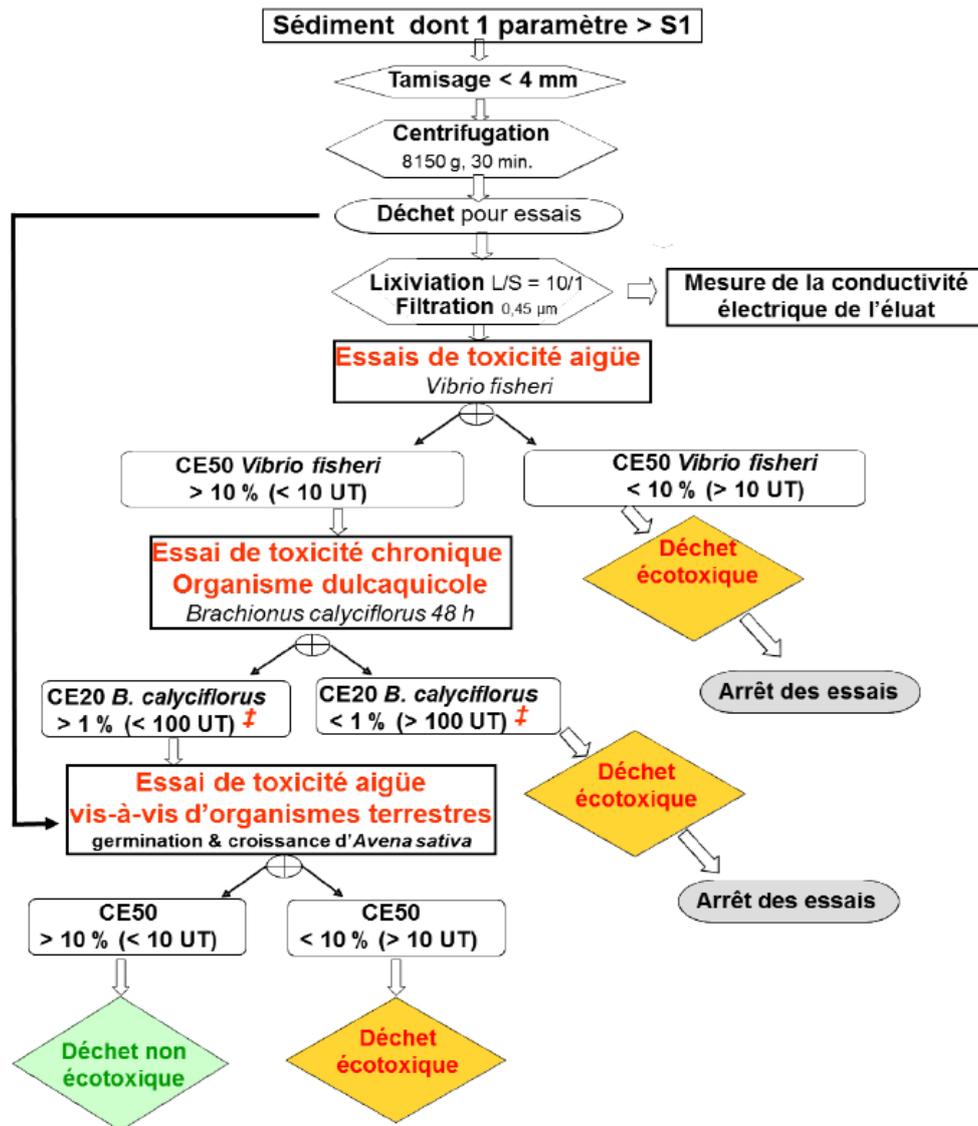


Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments

### III. PREPARATION DES ELUATS

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

1. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
2. Agitation 24 heures, par retournement (10 tours/min),
3. Séparation des phases liquide et solide par décantation pendant 15 minutes (si la décantation est inefficace, centrifugation 3000 tours/min, 10 min),
4. Filtration de l'éluat à 0,45 µm,
5. Ajustement du pH entre 5,5 et 8,5 à l'aide de HNO<sub>3</sub> (65%) ou de NaOH (1N),
6. Réalisation des tests biologiques :
  - Microtox® et Brachionus sur l'éluat filtré à 0,45 µm.

Les éluats sont ensuite conservés à l'obscurité à une température de 5 °C +/- 3 et sont utilisés pour les tests biologiques de toxicité dans les 15 jours de leur production.

## IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

### IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES

CE X-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X% de la population après un temps T.

### IV.2 TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES

#### IV.2.1 Test de toxicité aiguë

Test d'inhibition de la luminescence sur des 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 *Photobacterium phosphoreum*). Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 5, 15 à 30 minutes inhibe 50% de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par CE 50–T, T représentant le temps de contact des bactéries avec l'échantillon.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 2.

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

Fournisseur de la souche lyophilisée : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 50 : Logiciel Microtox-Omni.

Essai sur substances de référence réalisé à chaque série analytique \* :

- Heptahydrate de sulfate de zinc ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ).
- 3,5-dichlorophénol ( $C_6H_4Cl_2O$ ).
- Dichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ).

\* : L'essai se fait  
seulement sur 1  
substance de référence  
parmi les 3 possibles.

#### IV.2.2 Test de toxicité chronique

Test d'inhibition de la reproduction sur des rotifères (*Brachionus calyciflorus*, NF ISO 20666, 2009)

De jeunes femelles *Brachionus calyciflorus* (*Monogota*, *Rotifera*), âgées de moins de 2 heures au début de l'essai, sont exposées individuellement pendant une période de 48 heures 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. La concentration d'échantillon inhibant 20% de la croissance populationnel est alors déterminée (CE 20).

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 8.

Organisme d'essai : *Brachionus calyciflorus*.

Fournisseur des sporocystes déshydratés : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 20 : Modèle logistique basé sur l'équation de Hill (macro Regtox\_ev6.6.2.xls).

Essai sur substances de référence réalisé une fois par mois : Pentahydrate de sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).

### IV.3 TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES

#### IV.3.1 Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (*Avena sativa*, NF EN ISO 11269-2, 2013)

Les échantillons de sédiment sont dilués avec le milieu ISO (mélange de 70% de sable de Fontainebleau, 20% de kaolinite et 10% de sphaigne). Les différentes graines d'avoine sont plantées dans les dilutions. Dix graines d'avoine (*Avena sativa*) sont introduits par dilution.

L'essai se déroule en 2 étapes :

- un essai préliminaire de 7 jours qui permet d'étudier l'effet de différentes concentrations comprises entre 1 et 100% d'échantillon.
- un essai définitif pour lequel une série de 5 dilutions est réalisée (en se plaçant aux bornes des dilutions pour lesquelles l'émergence passait de 0 à 100% lors de l'essai préliminaire).

L'émergence et la croissance de l'avoine 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. Après 14 jours, la biomasse de chaque dilution est quantifiée par pesée. La concentration d'échantillon (en équivalent matière sèche) inhibant 50% de la germination et de la croissance est alors déterminée (CE 50).

Méthode de calcul de la CE 50 : Modèle statistique Log-Probit sur le logiciel Toxcalc.

## V. DATES DES DIFFERENTES ETAPES

**Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon**

Etapes	Dates
Tamissage à 4mm	01/07/2022
Centrifugation à 8150 g	01/07/2022
Lixiviation	05/07/2022
Centrifugation à 3000 tours/min	07/07/2022
Filtration à 0,45 µm	07/07/2022

**Tableau 2. Dates des tests de toxicité**

Tests	Dates des essais définitifs	Échantillon congelé avant analyse
Microtox®	15/07/2022	Oui
Brachionus	13/07/2022	Oui
Avoines	04/07/2022	

## VI. CARACTERISATION DU SEDIMENT

### VI.1 PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES

Teneur en eau de l'échantillon brut : 25%

Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation à 8150 g : 22%

↳ Conductivité de l'eaux interstitielles obtenus : 55200 µS/cm

Le tableau ci-dessous regroupe les difficultés rencontrées lors de la préparation des éluats et les paramètres physico-chimiques de ces derniers.

**Tableau 3. Préparation des éluats**

Eluats	22E122008-002
Difficultés de filtration	Oui, centrifugation à 3500 tours/min pendant 30 minutes
pH de l'éluat	8.0
Ajustement du pH de l'éluat	Non
Oxygène dissous (mg/L) de l'éluat	6.9
Conductivité (µS/cm) de l'éluat	2260

### VI.2 RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

#### VI.2.1 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques

**Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats**

Sédiment	Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E122008-002
Test de toxicité aiguë	Microtox®	Inhibition de la luminescence	CE 50 - 5min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 15min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 30min	Non toxique à 80.0%
Test de toxicité chronique	Brachionus	Croissance de la population	CE 20 - 48h	Non toxique à 90.0%

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 et/ou CE 20 (si calculable)

En rouge : CE 50 < 10% et/ou CE 20 < 1%

Le tableau 5 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë sur la base du seuil à 10%.

**Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats**

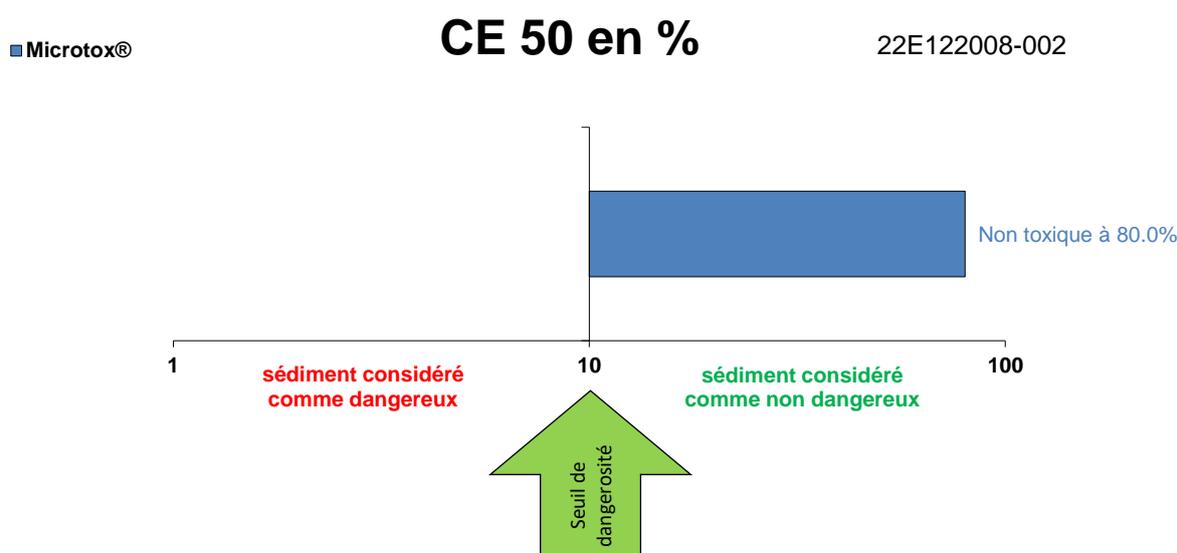
Sédiment	Classement sur la base du test Microtox®	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*
22E122008-002	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 2 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10%.


**Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques**

Le tableau 6 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité chronique sur la base du seuil à 1%.

**Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats**

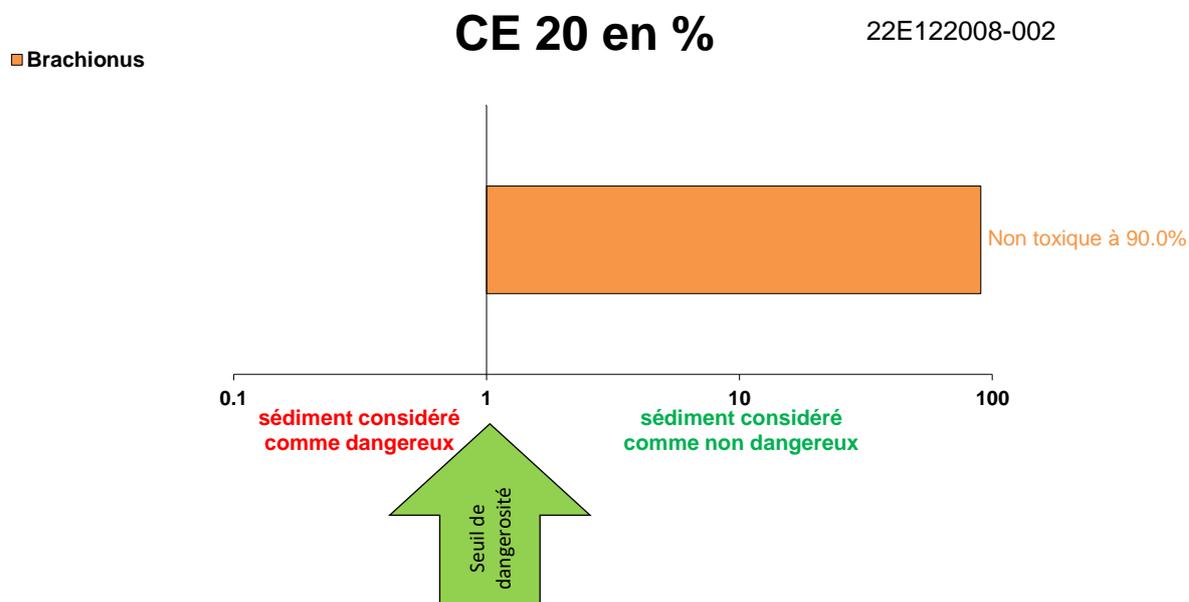
Sédiment	Classement sur la base du test Brachionus	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*
22E122008-002	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 3 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité chronique réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 1%.



**Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques**

#### VI.2.2 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres

Remarque : 78% d'échantillon en équivalent matière sèche (MS) correspond à 100% d'échantillon brut pré-traité.

**Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité**

Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E122008-002
Avoines	Germination	CE 50 - 7j	24.3% de MS (16.4 ; 36.4)
Avoines	Croissance	CE 50 - 14j	12.6% de MS (7.20 ; 23.5)

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 (si calculable)  
En rouge : CE 50 < 10% de MS

Le tableau 8 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité, en considérant le seuil de 10% de MS.

**Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité**

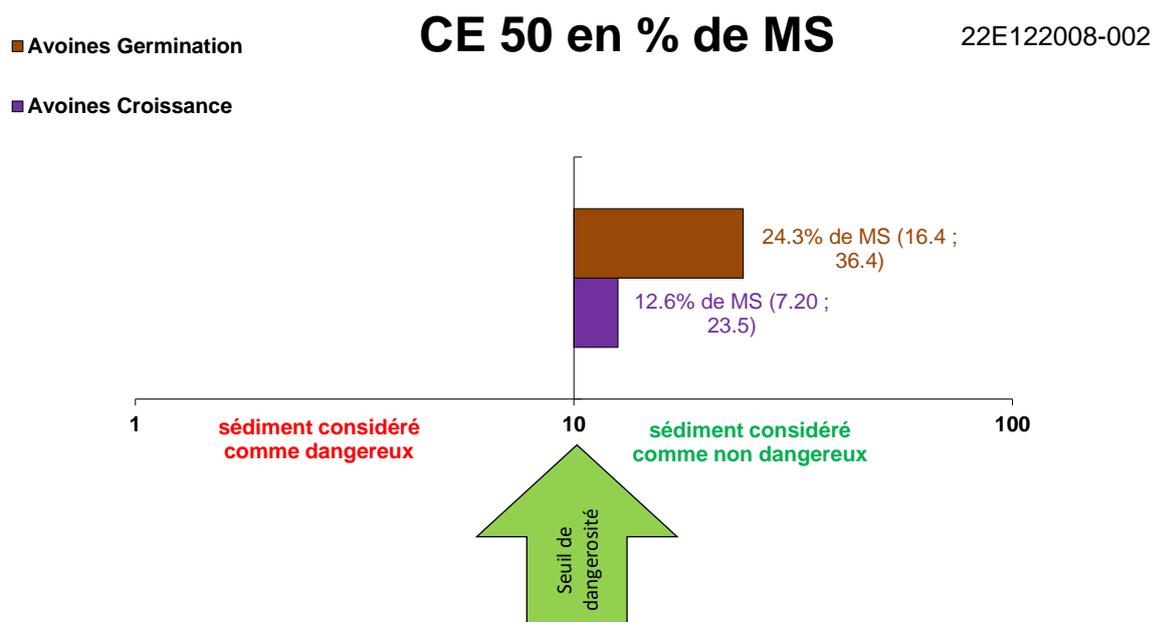
Sédiment	Classement sur la base du test Avoines Germination	Classement sur la base du test Avoines Croissance	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*
22E122008-002	-	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 4 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10% de MS.



**Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres**

## VII. SYNTHÈSE DES RESULTATS

Le tableau 9 présente les résultats obtenus en termes de classement du sédiment, respectivement en fonction des seuils de dangerosité.

**Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE)**

Sédiment	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*	Synthèse*
22E122008-002	-	-	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

- \* **Pour le test de toxicité aiguë,** avec un seuil de CE 50 à 10%,

L'échantillon « 22E122008-002 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Microtox®.

- \* **Pour le test de toxicité chronique,** avec un seuil de CE 20 à 1%,

L'échantillon « 22E122008-002 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Brachionus.

- \* **Pour le test de toxicité terrestre,** avec un seuil de CE 50 à 10% de MS,

L'échantillon « 22E122008-002 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par les tests Avoines Germination et Avoines Croissance.

**Dans le cadre du critère HP14 et en fonction des seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE) en 2016, l'échantillon « 22E122008-002 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement".**

A Maxéville, le 19 juillet 2022

Yvann Foucault, Chargé d'études



**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**  
**Département Environnement**  
5 rue d'Otterswiller  
67700 SAVERNE  
**FRANCE**

---

## RAPPORT D'ANALYSE

---

N° de rapport d'analyse : AR-22-IY-008400-01

Version du : 22/07/2022

Page 1/2

Dossier N° : 22G003472

Date de réception : 15/06/2022

Référence bon de commande : EUFRSA200122103

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
003	Sols	22E122008-003 / 3 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée : l'échantillon est considéré hors délai et les résultats seront rendus avec réserves.

<b>Température de l'air de l'enceinte</b>	7.3°C	<b>Date de réception</b>	15/06/2022 13:23
<b>Prélèvement effectué par (1)</b>	Client	<b>Début d'analyse</b>	15/07/2022
<b>Date de prélèvement</b>	Non communiquée		

**Ecotoxicologie continentale**

	Résultat	Unité
<b>IX00A : Test Brachionus</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus calyciflorus en 48 h] - NF ISO 20666		
Brachionus calyciflorus CE20/48h	-	% (CE 20)
Brachionus calyciflorus CE50/48h	-	% (CE 50)
<b>IY00Q : Test Microtox sur éluat</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Essais de toxicité aigue sur bactéries luminescentes] - NF EN ISO 11348-3		
Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	-	% (CE 50)
<b>IY00H : Lixiviation</b> Prestation réalisée par nos soins Lixiviation - NF EN 12457-2	-	
<b>IX248 : Test plantes émergence et croissance - 1 semence</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Détermination des effets des polluants sur la flore du sol] - NF ISO 11269-2	-	% (CE 50)
<b>IY0RS : Rapport critère HP 14</b> Prestation réalisée par nos soins Guide INERIS-Classification réglementaire déchets	voir rapport joint	

**Divers**

	Résultat	Unité
<b>IY031 : Tamisage, centrifugation</b> Prestation réalisée par nos soins Technique -	-	g/kg



**Yvann Foucault**  
Study Manager

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu.

Pour déclarer, ou non, la conformité à la spécification, il n'a pas été tenu explicitement compte de l'incertitude associée au résultat. Tous les éléments de traçabilité, ainsi que les incertitudes de mesure, sont disponibles sur demande.

Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

(1) Données fournies par le client qui ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Lors de l'émission d'une nouvelle version de rapport, toute modification est identifiée par une mise en forme gras, italique et souligné ou notifiée dans les observations.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT France**

Adresse : 5 Rue d'Otterswiller - F-67700 Saverne

***EVALUATION SUIVANT LE CRITERE HP14  
DE L'ECOTOXICITE D'UN ECHANTILLON  
SEDIMENT***

***REFERENCE : « 22E122008-003 »***

**Rapport d'analyses n°22VF8E-1080 du 22/07/2022**

Eurofins Ecotoxicologie France  
SAS au capital de 71676 € RCS Nancy 751 056 102 TVA FR 35 751 056 102  
Siège social : Rue Lucien Cuenot site Saint Jacques II BP 51005 54521 MAXEVILLE cedex –  
T 03 83 50 36 17 F 03 83 50 23 70

# SOMMAIRE

<b>I.</b>	<b>PRESENTATION DE L'ECHANTILLON</b>	<b>Page 4</b>
<b>II.</b>	<b>VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14*</b>	<b>Page 4</b>
<b>III.</b>	<b>PREPARATION DES ELUATS</b>	<b>Page 5</b>
<b>IV.</b>	<b>DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE</b>	<b>Page 6</b>
IV.1	DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2	TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2.1	<i>Test de toxicité aiguë</i>	<b>Page 6</b>
IV.2.2	<i>Test de toxicité chronique</i>	<b>Page 6</b>
IV.3	TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES	<b>Page 7</b>
IV.3.1	<i>Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (Avena sativa, NF EN ISO 11269-2, 2013)</i>	<b>Page 7</b>
<b>V.</b>	<b>DATES DES DIFFERENTES ETAPES</b>	<b>Page 7</b>
<b>VI.</b>	<b>CARACTERISATION DU SEDIMENT</b>	<b>Page 8</b>
VI.1	PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES	<b>Page 8</b>
VI.2	RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	<b>Page 8</b>
VI.2.1	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques</i>	<b>Page 8</b>
VI.2.2	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres</i>	<b>Page 10</b>
<b>VII.</b>	<b>SYNTHESE DES RESULTATS</b>	<b>Page 11</b>

### **Liste des tableaux :**

- Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon
- Tableau 2. Dates des tests de toxicité
- Tableau 3. Préparation des éluats
- Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats
- Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats
- Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats
- Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité
- Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité
- Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE)

### **Liste des figures :**

- Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments
- Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques
- Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques
- Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres

## I. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé « 22E122008-003 » réceptionné le 15/06/2022 de siccité égale à 58%.

Date de prélèvement : Non communiquée.

Référence Eurofins Ecotoxicologie France : 22G003472-003.

*Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.*

## II. VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14\*

*\* anciennement appelé critère H14.*

Dans le domaine des déchets, le conseil des communautés européennes a défini 15 propriétés qui rendent les déchets dangereux dont la propriété écotoxique : le critère H14 (Directive européenne 91/689 relative aux déchets dangereux, 1991) repris en droit français par le décret n°97-517 du 15 mai 1997 relatif à la classification des déchets dangereux.

Le groupe de travail « Dangerosité des sédiments », piloté par le Ministère en charge de l'Environnement, a défini en 2009, dans le cadre de l'application de la Directive Cadre sur les Déchets, un protocole permettant l'évaluation de la dangerosité des sédiments marins et continentaux au titre de la propriété HP 14. Après tamisage et centrifugation, la caractérisation biologique des sédiments requiert 2 approches différentes et complémentaires :

- approche directe : étude sur des extraits solides.
- approche indirecte : étude sur des extraits liquides – ou éluats obtenus par lixiviation.

Les essais réalisés sont ceux proposés dans le rapport INERIS-DRC-15-149793-06416A réalisé pour le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) – « Classification réglementaire des déchets - Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité » pour la mesure du paramètre HP14 sur sédiments marins et continentaux (4 février 2016).

**Les seuils de dangerosité proposés par le critère HP14 sont les suivants :**

- **Pour la toxicité sur éluats issus de la lixiviation d'un sédiment, le seuil pour les tests aigus est de 10% pour la CE 50 et pour les tests chroniques, de 1% pour la CE 20.**
- **Pour les tests sur extraits solides, le seuil est de 10% en équivalent matière sèche pour la CE 50.**

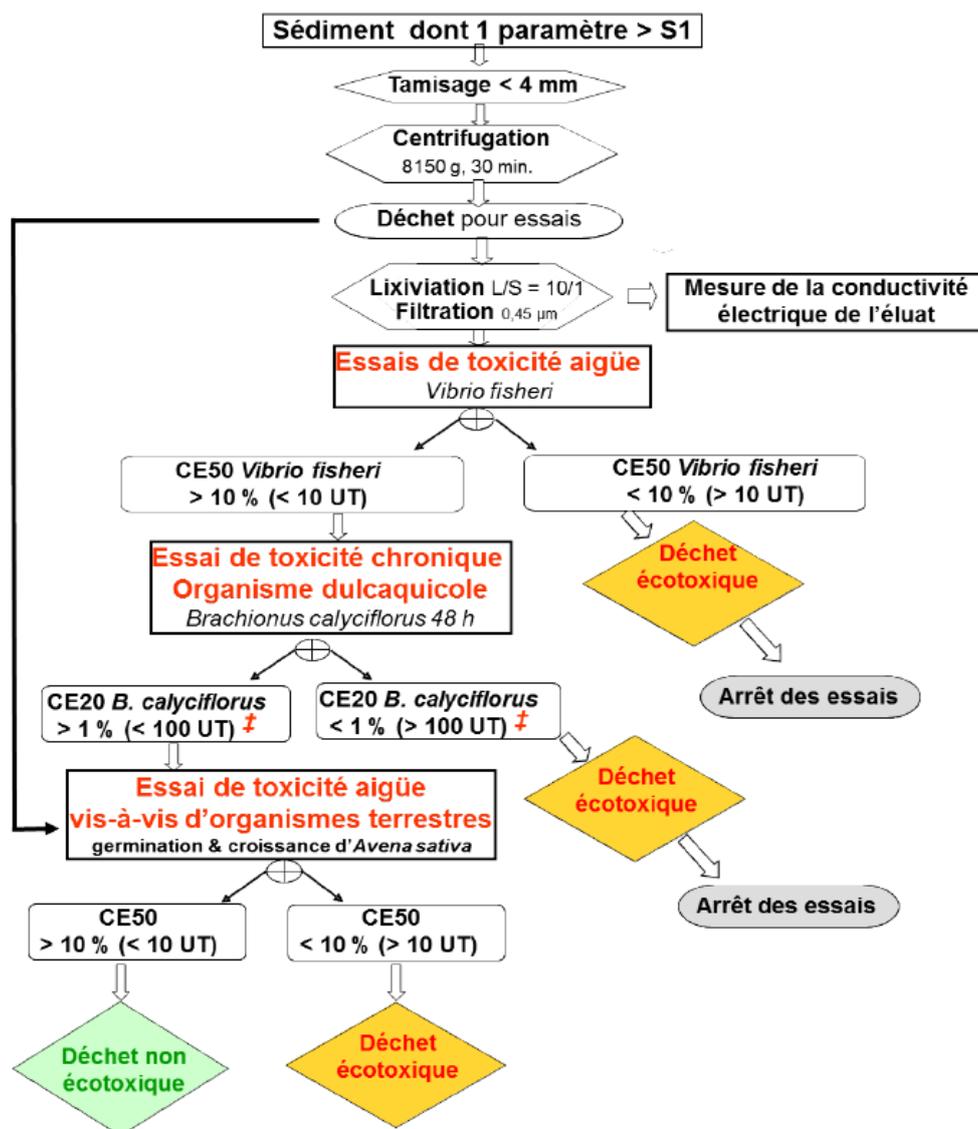


Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments

### III. PREPARATION DES ELUATS

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

1. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
2. Agitation 24 heures, par retournement (10 tours/min),
3. Séparation des phases liquide et solide par décantation pendant 15 minutes (si la décantation est inefficace, centrifugation 3000 tours/min, 10 min),
4. Filtration de l'éluat à 0,45 µm,
5. Ajustement du pH entre 5,5 et 8,5 à l'aide de HNO<sub>3</sub> (65%) ou de NaOH (1N),
6. Réalisation des tests biologiques :
  - Microtox® et Brachionus sur l'éluat filtré à 0,45 µm.

Les éluats sont ensuite conservés à l'obscurité à une température de 5 °C +/- 3 et sont utilisés pour les tests biologiques de toxicité dans les 15 jours de leur production.

## IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

### IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES

CE X-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X% de la population après un temps T.

### IV.2 TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES

#### IV.2.1 Test de toxicité aiguë

Test d'inhibition de la luminescence sur des 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 *Photobacterium phosphoreum*). Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 5, 15 à 30 minutes inhibe 50% de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par CE 50-T, T représentant le temps de contact des bactéries avec l'échantillon.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 2.

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

Fournisseur de la souche lyophilisée : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 50 : Logiciel Microtox-Omni.

Essai sur substances de référence réalisé à chaque série analytique \* :

- Heptahydrate de sulfate de zinc ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ).
- 3,5-dichlorophénol ( $C_6H_4Cl_2O$ ).
- Dichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ).

\* : L'essai se fait  
seulement sur 1  
substance de référence  
parmi les 3 possibles.

#### IV.2.2 Test de toxicité chronique

Test d'inhibition de la reproduction sur des rotifères (*Brachionus calyciflorus*, NF ISO 20666, 2009)

De jeunes femelles *Brachionus calyciflorus* (*Monogota*, *Rotifera*), âgées de moins de 2 heures au début de l'essai, sont exposées individuellement pendant une période de 48 heures 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. La concentration d'échantillon inhibant 20% de la croissance populationnel est alors déterminée (CE 20).

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 8.

Organisme d'essai : *Brachionus calyciflorus*.

Fournisseur des sporocystes déshydratés : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 20 : Modèle logistique basé sur l'équation de Hill (macro Regtox\_ev6.6.2.xls).

Essai sur substances de référence réalisé une fois par mois : Pentahydrate de sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).

### IV.3 TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES

#### IV.3.1 Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (*Avena sativa*, NF EN ISO 11269-2, 2013)

Les échantillons de sédiment sont dilués avec le milieu ISO (mélange de 70% de sable de Fontainebleau, 20% de kaolinite et 10% de sphaigne). Les différentes graines d'avoine sont plantées dans les dilutions. Dix graines d'avoine (*Avena sativa*) sont introduits par dilution.

L'essai se déroule en 2 étapes :

- un essai préliminaire de 7 jours qui permet d'étudier l'effet de différentes concentrations comprises entre 1 et 100% d'échantillon.
- un essai définitif pour lequel une série de 5 dilutions est réalisée (en se plaçant aux bornes des dilutions pour lesquelles l'émergence passait de 0 à 100% lors de l'essai préliminaire).

L'émergence et la croissance de l'avoine 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. Après 14 jours, la biomasse de chaque dilution est quantifiée par pesée. La concentration d'échantillon (en équivalent matière sèche) inhibant 50% de la germination et de la croissance est alors déterminée (CE 50).

Méthode de calcul de la CE 50 : Modèle statistique Log-Probit sur le logiciel Toxcalc.

## V. DATES DES DIFFERENTES ETAPES

**Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon**

Etapes	Dates
Tamissage à 4mm	05/07/2022
Centrifugation à 8150 g	05/07/2022
Lixiviation	12/07/2022
Centrifugation à 3000 tours/min	13/07/2022
Filtration à 0,45 µm	13/07/2022

**Tableau 2. Dates des tests de toxicité**

Tests	Dates des essais définitifs	Échantillon congelé avant analyse
Microtox®	15/07/2022	Non
Brachionus	20/07/2022	Oui
Avoines	05/07/2022	

## VI. CARACTERISATION DU SEDIMENT

### VI.1 PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES

Teneur en eau de l'échantillon brut : 42%

Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation à 8150 g : 31%

↳ Conductivité de l'eaux interstitielles obtenus : 56600  $\mu\text{S}/\text{cm}$

Le tableau ci-dessous regroupe les difficultés rencontrées lors de la préparation des éluats et les paramètres physico-chimiques de ces derniers.

**Tableau 3. Préparation des éluats**

Eluats	22E122008-003
Difficultés de filtration	Oui, centrifugation à 3500 tours/min pendant 30 minutes
pH de l'éluat	8.4
Ajustement du pH de l'éluat	Non
Oxygène dissous (mg/L) de l'éluat	7.1
Conductivité ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) de l'éluat	3670

### VI.2 RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

#### VI.2.1 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques

**Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats**

Sédiment	Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E122008-003
Test de toxicité aiguë	Microtox®	Inhibition de la luminescence	CE 50 - 5min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 15min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 30min	Non toxique à 80.0%
Test de toxicité chronique	Brachionus	Croissance de la population	CE 20 - 48h	Non toxique à 90.0%

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 et/ou CE 20 (si calculable)

En rouge : CE 50 < 10% et/ou CE 20 < 1%

Le tableau 5 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë sur la base du seuil à 10%.

**Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats**

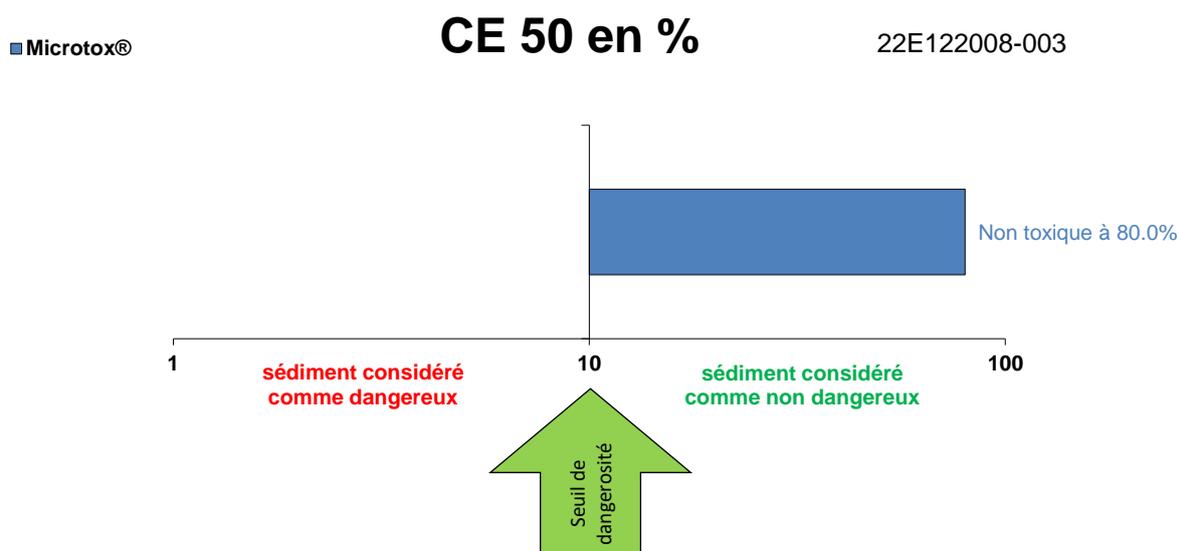
Sédiment	Classement sur la base du test Microtox®	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*
22E122008-003	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 2 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10%.



**Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques**

Le tableau 6 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité chronique sur la base du seuil à 1%.

**Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats**

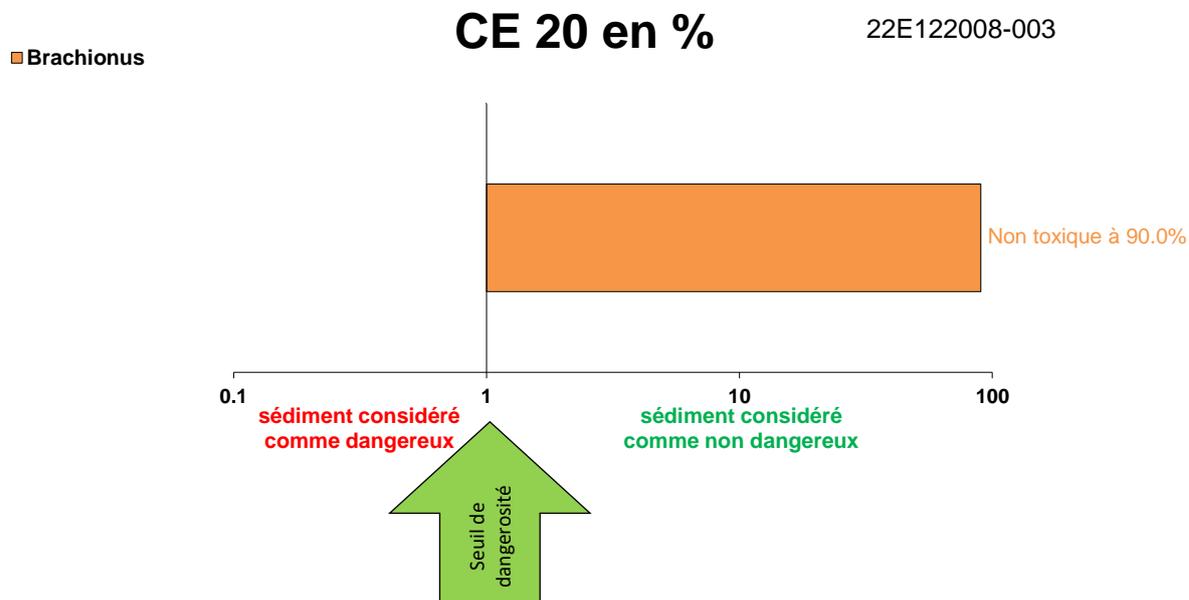
Sédiment	Classement sur la base du test Brachionus	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*
22E122008-003	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 3 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité chronique réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 1%.



**Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques**

#### VI.2.2 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres

Remarque : 69% d'échantillon en équivalent matière sèche (MS) correspond à 100% d'échantillon brut pré-traité.

**Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité**

Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E122008-003
Avoines	Germination	CE 50 - 7j	>55.2% de MS
Avoines	Croissance	CE 50 - 14j	>55.2% de MS

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 (si calculable)  
En rouge : CE 50 < 10% de MS

Le tableau 8 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité, en considérant le seuil de 10% de MS.

**Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité**

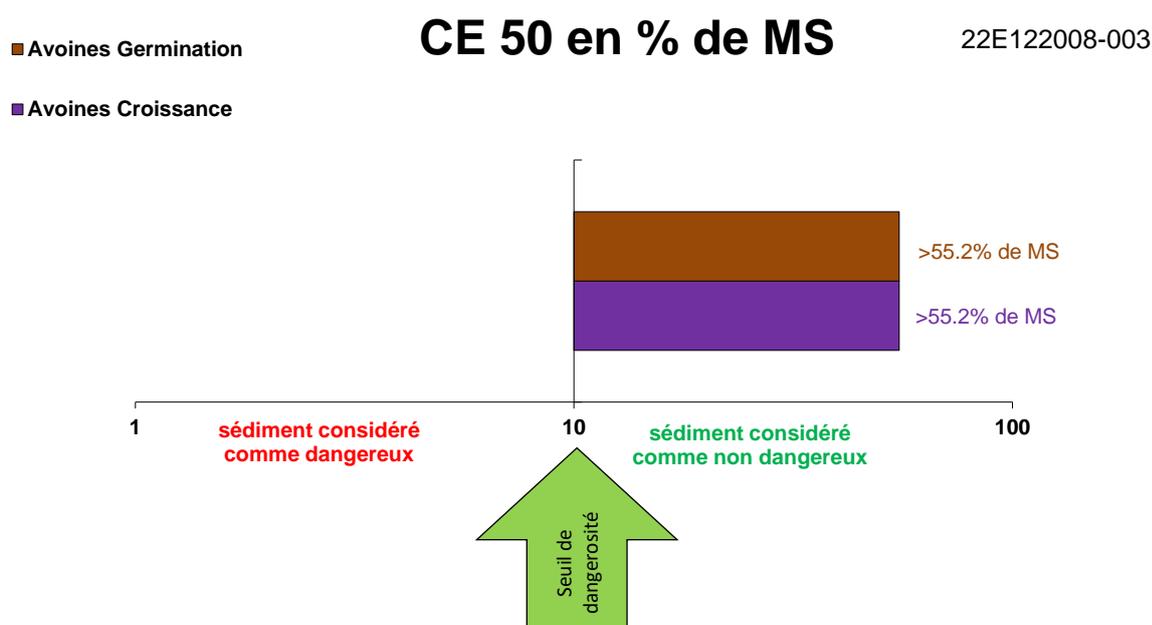
Sédiment	Classement sur la base du test Avoines Germination	Classement sur la base du test Avoines Croissance	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*
22E122008-003	-	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 4 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10% de MS.


**Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres**

## VII. SYNTHÈSE DES RESULTATS

Le tableau 9 présente les résultats obtenus en termes de classement du sédiment, respectivement en fonction des seuils de dangerosité.

**Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE)**

Sédiment	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*	Synthèse*
22E122008-003	-	-	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

- \* **Pour le test de toxicité aiguë,** avec un seuil de CE 50 à 10%,

L'échantillon « 22E122008-003 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Microtox®.

- \* **Pour le test de toxicité chronique,** avec un seuil de CE 20 à 1%,

L'échantillon « 22E122008-003 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Brachionus.

- \* **Pour le test de toxicité terrestre,** avec un seuil de CE 50 à 10% de MS,

L'échantillon « 22E122008-003 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par les tests Avoines Germination et Avoines Croissance.

**Dans le cadre du critère HP14 et en fonction des seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE) en 2016, l'échantillon « 22E122008-003 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement".**

A Maxéville, le 22 juillet 2022

Yvann Foucault, Chargé d'études



**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**  
**Département Environnement**  
5 rue d'Otterswiller  
67700 SAVERNE  
**FRANCE**

---

## RAPPORT D'ANALYSE

---

N° de rapport d'analyse : AR-22-IY-008401-01

Version du : 22/07/2022

Page 1/2

Dossier N° : 22G003472

Date de réception : 15/06/2022

Référence bon de commande : EUFRSA200122103

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
004	Sols	22E122008-004 / 4 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée : l'échantillon est considéré hors délai et les résultats seront rendus avec réserves.

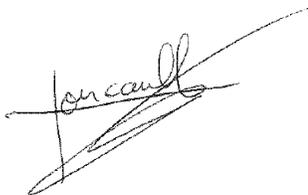
<b>Température de l'air de l'enceinte</b>	7.3°C	<b>Date de réception</b>	15/06/2022 13:23
<b>Prélèvement effectué par (1)</b>	Client	<b>Début d'analyse</b>	15/07/2022
<b>Date de prélèvement</b>	Non communiquée		

**Ecotoxicologie continentale**

	Résultat	Unité
<b>IX00A : Test Brachionus</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus calyciflorus en 48 h] - NF ISO 20666		
Brachionus calyciflorus CE20/48h	-	% (CE 20)
Brachionus calyciflorus CE50/48h	-	% (CE 50)
<b>IY00Q : Test Microtox sur éluat</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Essais de toxicité aigue sur bactéries luminescentes] - NF EN ISO 11348-3		
Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	-	% (CE 50)
Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	-	% (CE 50)
<b>IY00H : Lixiviation</b> Prestation réalisée par nos soins Lixiviation - NF EN 12457-2	-	
<b>IX248 : Test plantes émergence et croissance - 1 semence</b> Prestation réalisée par nos soins Technique [Détermination des effets des polluants sur la flore du sol] - NF ISO 11269-2	-	% (CE 50)
<b>IY0RS : Rapport critère HP 14</b> Prestation réalisée par nos soins Guide INERIS-Classification réglementaire déchets	voir rapport joint	

**Divers**

	Résultat	Unité
<b>IY031 : Tamisage, centrifugation</b> Prestation réalisée par nos soins Technique -	-	g/kg



Yvann Foucault  
Study Manager

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu.

Pour déclarer, ou non, la conformité à la spécification, il n'a pas été tenu explicitement compte de l'incertitude associée au résultat. Tous les éléments de traçabilité, ainsi que les incertitudes de mesure, sont disponibles sur demande.

Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

(1) Données fournies par le client qui ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Lors de l'émission d'une nouvelle version de rapport, toute modification est identifiée par une mise en forme gras, italique et souligné ou notifiée dans les observations.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR  
L'ENVIRONNEMENT France**

Adresse : 5 Rue d'Otterswiller - F-67700 Saverne

***EVALUATION SUIVANT LE CRITERE HP14  
DE L'ECOTOXICITE D'UN ECHANTILLON  
SEDIMENT***

***REFERENCE : « 22E122008-004 »***

**Rapport d'analyses n°22VF8E-1081 du 22/07/2022**

Eurofins Ecotoxicologie France  
SAS au capital de 71676 € RCS Nancy 751 056 102 TVA FR 35 751 056 102  
Siège social : Rue Lucien Cuenot site Saint Jacques II BP 51005 54521 MAXEVILLE cedex –  
T 03 83 50 36 17 F 03 83 50 23 70

# SOMMAIRE

<b>I.</b>	<b>PRESENTATION DE L'ECHANTILLON</b>	<b>Page 4</b>
<b>II.</b>	<b>VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14*</b>	<b>Page 4</b>
<b>III.</b>	<b>PREPARATION DES ELUATS</b>	<b>Page 5</b>
<b>IV.</b>	<b>DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE</b>	<b>Page 6</b>
IV.1	DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2	TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES	<b>Page 6</b>
IV.2.1	<i>Test de toxicité aiguë</i>	<b>Page 6</b>
IV.2.2	<i>Test de toxicité chronique</i>	<b>Page 6</b>
IV.3	TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES	<b>Page 7</b>
IV.3.1	<i>Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (Avena sativa, NF EN ISO 11269-2, 2013)</i>	<b>Page 7</b>
<b>V.</b>	<b>DATES DES DIFFERENTES ETAPES</b>	<b>Page 7</b>
<b>VI.</b>	<b>CARACTERISATION DU SEDIMENT</b>	<b>Page 8</b>
VI.1	PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES	<b>Page 8</b>
VI.2	RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	<b>Page 8</b>
VI.2.1	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques</i>	<b>Page 8</b>
VI.2.2	<i>Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres</i>	<b>Page 10</b>
<b>VII.</b>	<b>SYNTHESE DES RESULTATS</b>	<b>Page 11</b>

### **Liste des tableaux :**

- Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon
- Tableau 2. Dates des tests de toxicité
- Tableau 3. Préparation des éluats
- Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats
- Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats
- Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats
- Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité
- Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité
- Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE)

### **Liste des figures :**

- Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments
- Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques
- Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques
- Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres

## I. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé « 22E122008-004 » réceptionné le 15/06/2022 de siccité égale à 46%.

Date de prélèvement : Non communiquée.

Référence Eurofins Ecotoxicologie France : 22G003472-004.

*Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.*

## II. VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE D'UN SEDIMENT : CRITERE HP14\*

*\* anciennement appelé critère H14.*

Dans le domaine des déchets, le conseil des communautés européennes a défini 15 propriétés qui rendent les déchets dangereux dont la propriété écotoxique : le critère H14 (Directive européenne 91/689 relative aux déchets dangereux, 1991) repris en droit français par le décret n°97-517 du 15 mai 1997 relatif à la classification des déchets dangereux.

Le groupe de travail « Dangerosité des sédiments », piloté par le Ministère en charge de l'Environnement, a défini en 2009, dans le cadre de l'application de la Directive Cadre sur les Déchets, un protocole permettant l'évaluation de la dangerosité des sédiments marins et continentaux au titre de la propriété HP 14. Après tamisage et centrifugation, la caractérisation biologique des sédiments requiert 2 approches différentes et complémentaires :

- approche directe : étude sur des extraits solides.
- approche indirecte : étude sur des extraits liquides – ou éluats obtenus par lixiviation.

Les essais réalisés sont ceux proposés dans le rapport INERIS-DRC-15-149793-06416A réalisé pour le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) – « Classification réglementaire des déchets - Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité » pour la mesure du paramètre HP14 sur sédiments marins et continentaux (4 février 2016).

**Les seuils de dangerosité proposés par le critère HP14 sont les suivants :**

- **Pour la toxicité sur éluats issus de la lixiviation d'un sédiment, le seuil pour les tests aigus est de 10% pour la CE 50 et pour les tests chroniques, de 1% pour la CE 20.**
- **Pour les tests sur extraits solides, le seuil est de 10% en équivalent matière sèche pour la CE 50.**

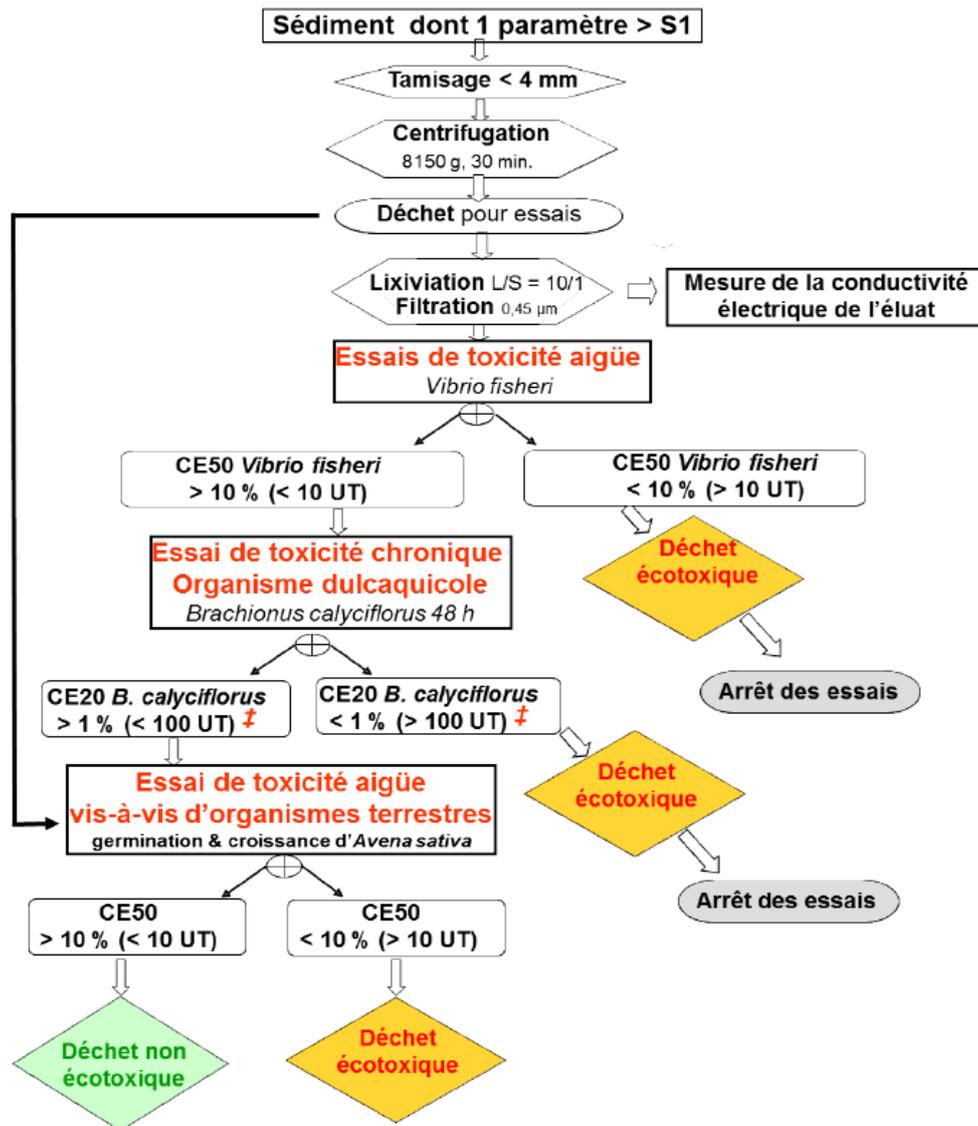


Figure 1. Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 pour les sédiments

### III. PREPARATION DES ELUATS

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

1. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
2. Agitation 24 heures, par retournement (10 tours/min),
3. Séparation des phases liquide et solide par décantation pendant 15 minutes (si la décantation est inefficace, centrifugation 3000 tours/min, 10 min),
4. Filtration de l'éluat à 0,45 µm,
5. Ajustement du pH entre 5,5 et 8,5 à l'aide de HNO<sub>3</sub> (65%) ou de NaOH (1N),
6. Réalisation des tests biologiques :
  - Microtox® et Brachionus sur l'éluat filtré à 0,45 µm.

Les éluats sont ensuite conservés à l'obscurité à une température de 5 °C +/- 3 et sont utilisés pour les tests biologiques de toxicité dans les 15 jours de leur production.

## IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

### IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES

CE X-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X% de la population après un temps T.

### IV.2 TESTS DE TOXICITE SUR ORGANISMES AQUATIQUES

#### IV.2.1 Test de toxicité aiguë

Test d'inhibition de la luminescence sur des 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 *Photobacterium phosphoreum*). Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 5, 15 à 30 minutes inhibe 50% de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par CE 50-T, T représentant le temps de contact des bactéries avec l'échantillon.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 2.

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

Fournisseur de la souche lyophilisée : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 50 : Logiciel Microtox-Omni.

Essai sur substances de référence réalisé à chaque série analytique \* :

- Heptahydrate de sulfate de zinc ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ).
- 3,5-dichlorophénol ( $C_6H_4Cl_2O$ ).
- Dichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ).

\* : L'essai se fait  
seulement sur 1  
substance de référence  
parmi les 3 possibles.

#### IV.2.2 Test de toxicité chronique

Test d'inhibition de la reproduction sur des rotifères (*Brachionus calyciflorus*, NF ISO 20666, 2009)

De jeunes femelles *Brachionus calyciflorus* (*Monogota*, *Rotifera*), âgées de moins de 2 heures au début de l'essai, sont exposées individuellement pendant une période de 48 heures 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. La concentration d'échantillon inhibant 20% de la croissance populationnel est alors déterminée (CE 20).

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 8.

Organisme d'essai : *Brachionus calyciflorus*.

Fournisseur des sporocystes déshydratés : R-Biopharm.

Méthode de calcul de la CE 20 : Modèle logistique basé sur l'équation de Hill (macro Regtox\_ev6.6.2.xls).

Essai sur substances de référence réalisé une fois par mois : Pentahydrate de sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).

### IV.3 TEST DE TOXICITE SUR ORGANISMES TERRESTRES

#### IV.3.1 Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance sur des semences d'avoine (*Avena sativa*, NF EN ISO 11269-2, 2013)

Les échantillons de sédiment sont dilués avec le milieu ISO (mélange de 70% de sable de Fontainebleau, 20% de kaolinite et 10% de sphaigne). Les différentes graines d'avoine sont plantées dans les dilutions. Dix graines d'avoine (*Avena sativa*) sont introduits par dilution.

L'essai se déroule en 2 étapes :

- un essai préliminaire de 7 jours qui permet d'étudier l'effet de différentes concentrations comprises entre 1 et 100% d'échantillon.
- un essai définitif pour lequel une série de 5 dilutions est réalisée (en se plaçant aux bornes des dilutions pour lesquelles l'émergence passait de 0 à 100% lors de l'essai préliminaire).

L'émergence et la croissance de l'avoine 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. Après 14 jours, la biomasse de chaque dilution est quantifiée par pesée. La concentration d'échantillon (en équivalent matière sèche) inhibant 50% de la germination et de la croissance est alors déterminée (CE 50).

Méthode de calcul de la CE 50 : Modèle statistique Log-Probit sur le logiciel Toxcalc.

## V. DATES DES DIFFERENTES ETAPES

**Tableau 1. Dates des étapes de préparation de l'échantillon**

Etapes	Dates
Tamissage à 4mm	06/07/2022
Centrifugation à 8150 g	06/07/2022
Lixiviation	13/07/2022
Centrifugation à 3000 tours/min	15/07/2022
Filtration à 0,45 µm	15/07/2022

**Tableau 2. Dates des tests de toxicité**

Tests	Dates des essais définitifs	Échantillon congelé avant analyse
Microtox®	15/07/2022	Non
Brachionus	20/07/2022	Oui
Avoines	06/07/2022	

## VI. CARACTERISATION DU SEDIMENT

### VI.1 PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES

Teneur en eau de l'échantillon brut : 54%

Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation à 8150 g : 52%

↳ Conductivité de l'eaux interstitielles obtenus : 56200 µS/cm

Le tableau ci-dessous regroupe les difficultés rencontrées lors de la préparation des éluats et les paramètres physico-chimiques de ces derniers.

**Tableau 3. Préparation des éluats**

Eluats	22E122008-004
Difficultés de filtration	Oui, centrifugation à 3500 tours/min pendant 30 minutes
pH de l'éluat	8.4
Ajustement du pH de l'éluat	Non
Oxygène dissous (mg/L) de l'éluat	7.4
Conductivité (µS/cm) de l'éluat	4510

### VI.2 RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

#### VI.2.1 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes aquatiques

**Tableau 4. Récapitulatif des résultats en % (Volume/Volume) des tests biologiques réalisés sur éluats**

Sédiment	Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E122008-004
Test de toxicité aiguë	Microtox®	Inhibition de la luminescence	CE 50 - 5min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 15min	Non toxique à 80.0%
			CE 50 - 30min	Non toxique à 80.0%
Test de toxicité chronique	Brachionus	Croissance de la population	CE 20 - 48h	Non toxique à 90.0%

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 et/ou CE 20 (si calculable)

En rouge : CE 50 < 10% et/ou CE 20 < 1%

Le tableau 5 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë sur la base du seuil à 10%.

**Tableau 5. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë sur éluats**

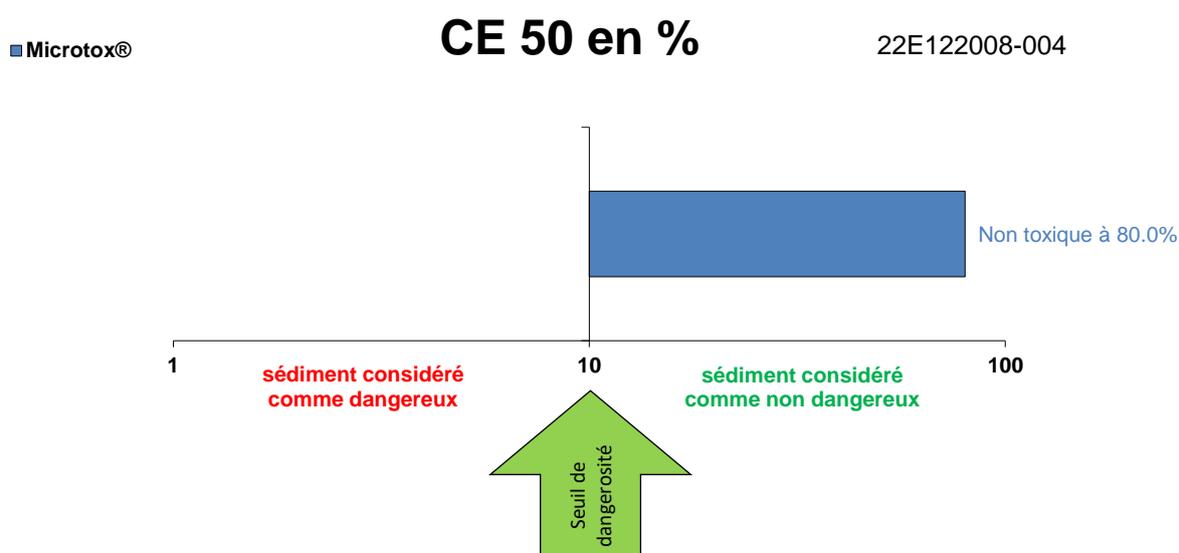
Sédiment	Classement sur la base du test Microtox®	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*
22E122008-004	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 2 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10%.


**Figure 2. Toxicité aiguë sur organismes aquatiques**

Le tableau 6 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité chronique sur la base du seuil à 1%.

**Tableau 6. Classement sur la base des tests biologiques de toxicité chronique sur éluats**

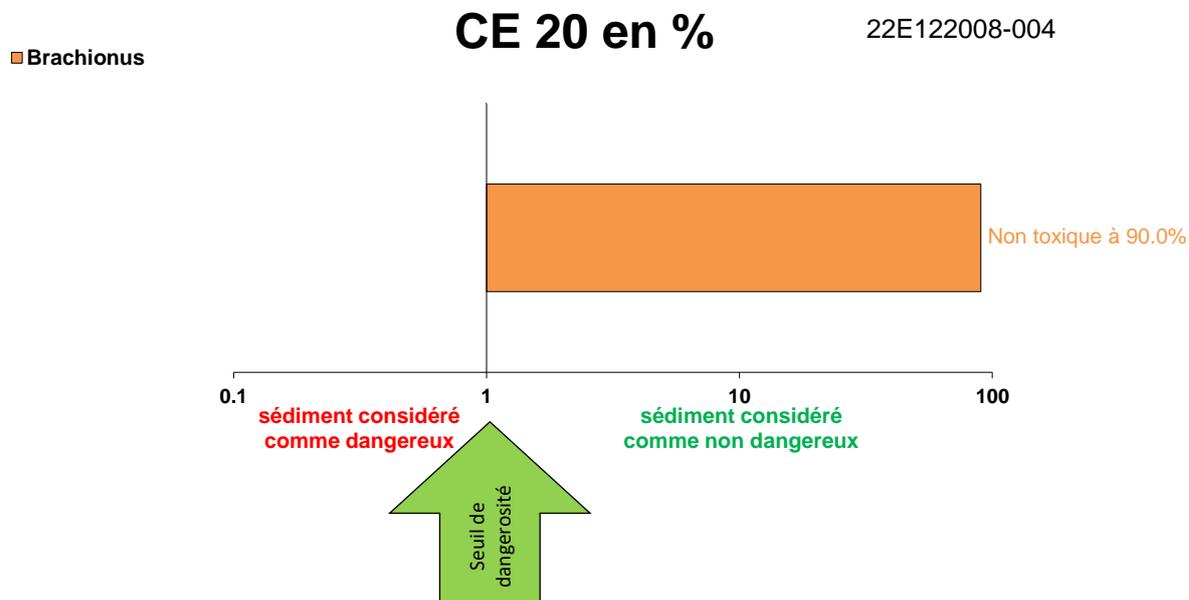
Sédiment	Classement sur la base du test Brachionus	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*
22E122008-004	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 3 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité chronique réalisés sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 1%.



**Figure 3. Toxicité chronique sur organismes aquatiques**

#### VI.2.2 Résultats des essais d'écotoxicité sur organismes terrestres

Remarque : 48% d'échantillon en équivalent matière sèche (MS) correspond à 100% d'échantillon brut pré-traité.

**Tableau 7. Récapitulatif des résultats en % (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute pré-traité**

Tests	Effets	Descripteur toxicologique	22E122008-004
Avoines	Germination	CE 50 - 7j	>38.4% de MS
Avoines	Croissance	CE 50 - 14j	>38.4% de MS

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE 50 (si calculable)  
 En rouge : CE 50 < 10% de MS

Le tableau 8 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité, en considérant le seuil de 10% de MS.

**Tableau 8. Classement sur la base des tests biologiques sur matrice brute pré-traité**

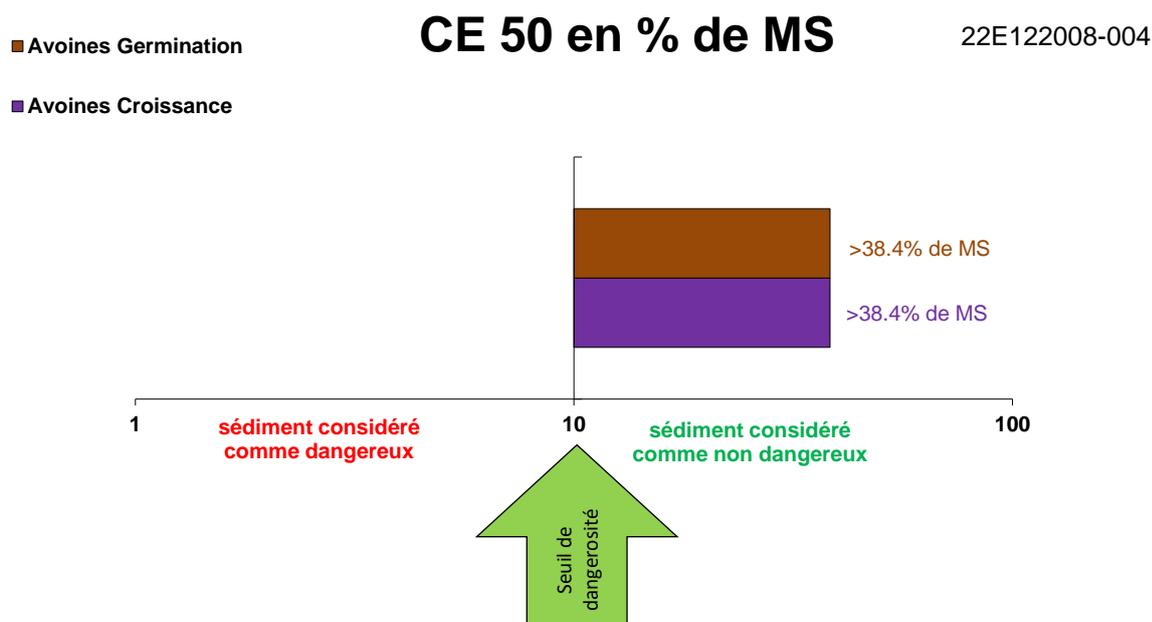
Sédiment	Classement sur la base du test Avoines Germination	Classement sur la base du test Avoines Croissance	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*
22E122008-004	-	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

La figure 4 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute pré-traité sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10% de MS.



**Figure 4. Toxicité sur organismes terrestres**

## VII. SYNTHÈSE DES RESULTATS

Le tableau 9 présente les résultats obtenus en termes de classement du sédiment, respectivement en fonction des seuils de dangerosité.

**Tableau 9. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE)**

Sédiment	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*	Synthèse*
22E122008-004	-	-	-	-

+ (en rouge) : classé comme dangereux pour l'environnement

- (en vert) : classé comme non dangereux pour l'environnement

\* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme "dangereux pour l'environnement"

- \* **Pour le test de toxicité aiguë,** avec un seuil de CE 50 à 10%,

L'échantillon « 22E122008-004 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Microtox®.

- \* **Pour le test de toxicité chronique,** avec un seuil de CE 20 à 1%,

L'échantillon « 22E122008-004 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par le test Brachionus.

- \* **Pour le test de toxicité terrestre,** avec un seuil de CE 50 à 10% de MS,

L'échantillon « 22E122008-004 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement" par les tests Avoines Germination et Avoines Croissance.

**Dans le cadre du critère HP14 et en fonction des seuils retenus par le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE) en 2016, l'échantillon « 22E122008-004 » n'est pas considéré comme "dangereux pour l'environnement".**

A Maxéville, le 22 juillet 2022

Yvann Foucault, Chargé d'études

