

ÉVALUATION DU POTENTIEL ÉCOTOXIQUE DE PERCOLATS DE MÂCHEFERS D'INCINÉRATION D'ORDURES MÉNAGÈRES AU LABORATOIRE COMPARAISON DE BIOESSAIS MONOSPÉCIFIQUES ET D'UN ESSAI EN MICROCOSME

Gaëlle Triffault-Bouchet*, Bernard Clément*, Gérard Blake**, et Yves Perrodin*.

* Laboratoire des sciences de l'environnement, Ecole nationale des travaux publics de l'État

** Laboratoire Transferts et effets des polluants sur l'environnement

Deux approches méthodologiques ont été proposées pour évaluer le potentiel écotoxique de percolats de mâchefers d'incinération d'ordures ménagères (Miom) et leur éocompatibilité vis-à-vis des milieux lenticques, milieux non abordés jusqu'alors dans la méthodologie d'évaluation de l'éocompatibilité des déchets de L'Ademe. Les Miom ont été étudiés dans le cadre d'un scénario de valorisation en remblai d'une route. Ce remblai a été simulé dans un lysimètre de laboratoire ayant produit 3 percolats aux ratios massiques eau/Miom croissants, de 0.5 à 1.5. La première approche, basée sur des essais monospécifiques, a mis en évidence la plus forte sensibilité des algues *Pseudokirchneriella subcapitata* en comparaison des lentilles d'eau *Lemna minor* et, en dernier lieu, des micro-crustacés *Daphnia magna*. La seconde approche était basée sur un essai multi-spécifique en microcosmes de laboratoire de 2 litres. Les réponses de ces systèmes étaient liées au niveau de contamination des percolats et à la concentration du percolat considéré. Chacun des organismes présents a manifesté des signes de toxicité. Plus le ratio massique eau/Miom augmentait, plus les effets observés diminuaient en intensité, voire disparaissaient. Un gradient d'effets a pu être mis en évidence entre les concentrations testées : 8.0 % > 4.0 % > 1.56 %. Les microcosmes ont permis d'évaluer l'impact des percolats sur chaque espèce ainsi que sur le fonctionnement global des systèmes. Les différences d'effets observées entre tests monospécifiques et essais multi-spécifiques montrent l'intérêt de ces essais qui permettent de reconstituer un milieu complexe plus proche des milieux naturels. L'impact des mâchefers sur le terrain a été abordé dans le cadre du scénario étudié. Les concentrations en percolats calculées dans le milieu récepteur et celles produisant les premiers effets sont proches. Le scénario étudié a toutefois été maximalisé pour les besoins de l'étude et la mise au point de la méthodologie. Des recommandations pour une mise en œuvre dans de meilleures conditions sont effectuées.

Two methodologies have been used to assess the impact of municipal solid waste incineration (MSWI)

bottom ashes on lentic ecosystems, especially lake coastlines. One of the purposes is to assess their eco-compatibility in a scenario in which MSWI bottom ashes are reused as road embankment. A laboratory lysimeter was chosen to simulate a part of a road embankment built with MSWI bottom ashes. Leachates have been collected at three different mass-ratios (water mass / bottom ash mass) : from 0.5 to 1.5. The first methodology was based on three bioassays. Results led to the following ranking of these bioassays based on organisms sensitivity, in descending order : algae *P. subcapitata* > duckweed *Lemna minor* > cladoceran *Daphnia magna*. In the same time, leachates were assessed with a 2 L freshwater/sediment microcosm. As the mass-ratios rose, leachate toxicity decreased. All species were impaired. Toxicity effects raised with leachate concentration, from 1.56 % to 8.0 %. Comparison between bioassays and microcosm assays revealed the interest for multispecies approach. Ecosystem dynamics were approached with microcosms. The representativeness is higher in those systems. MSWI bottom ashes have been assessed in a simplified risk assessment procedure, for our scenario. Predicted environmental concentration is close to the concentration that caused first effects in microcosm. Recommendations have been made for MSWI bottom ashes used as road embankment.

INTRODUCTION

Les mâchefers d'incinération des ordures ménagères (Miom), déchets secondaires issus de l'incinération des ordures ménagères, sont utilisés en travaux publics pour la construction de remblais et de sous-couches routières, en France [Silvestre & Rampignon, 1995 ; François *et al.*, 2000] et au niveau international [Kosson *et al.*, 1996 ; Wiles, 1996]. Leur emploi est réglementé par une circulaire ministérielle [Mate, 1994] s'appuyant, pour définir des classes de Miom, sur un certain nombre de concentrations métalliques

seuils, le taux d'imbrûlés, la teneur en matière organique totale (COT) et la fraction soluble totale. L'Ademe a développé, depuis 1995, une méthodologie d'évaluation de l'écocompatibilité de scénarios de stockage et de valorisation des déchets intégrant le comportement des déchets à long terme et leurs impacts sur les écosystèmes récepteurs [Perrodin et al., 2002]. La méthode est opérationnelle pour les Miom vis-à-vis de milieux récepteurs cibles du type sols de surface et eaux superficielles courantes, pour un scénario donné [Ademe, 2002 ; Grelrier-Volatier et al., 2002]. Cette étude vise à élargir cette méthodologie en abordant l'impact de ces matrices vis-à-vis des écosystèmes lenticques. Ces milieux présentent, en effet, des différences de fonctionnement majeures avec les systèmes d'eaux courantes les rendant particulièrement vulnérables aux contaminants : absence d'écoulement, temps de séjour des eaux élevés, stratifications thermique et chimique, biocénose spécifique, etc. [Pourriot & Meybeck, 1995].

Le scénario d'étude porte sur l'utilisation de Miom en remblai d'une route située en contrebas d'un site à la topographie accidentée (figure 1), sur une distance de 1 kilomètre. Les eaux de pluie et de ruissellement s'infiltrent dans les déchets. Une prairie reçoit les effluents ayant percolé à travers les Miom ; les quantités d'eau qui s'infiltrent sous les déchets sont négligeables, le sous-sol ayant une faible perméabilité. Les percolats ruissellent enfin sur la prairie avant de se déverser au niveau de la zone littorale d'un lac de petite taille, système aquatique lenticque. Les eaux pluviales représentent le vecteur majeur de pollution. Les paramètres hydriques et massiques définissant ce scénario de valorisation ont été décrits dans un document interne [Triffault-Bouchet et al., 2003], dans la continuité des études menées sur la définition de l'écocompatibilité des Miom valorisés en technique routière [Perrodin et al., 2002]. Le bilan hydrique conduit à la production de 2 m³ de percolats par tonne de mâchefers secs tous les 4 mois. Ce scénario maximaliste, caractérisé par une forte exposition des mâchefers aux eaux pluviales, ne

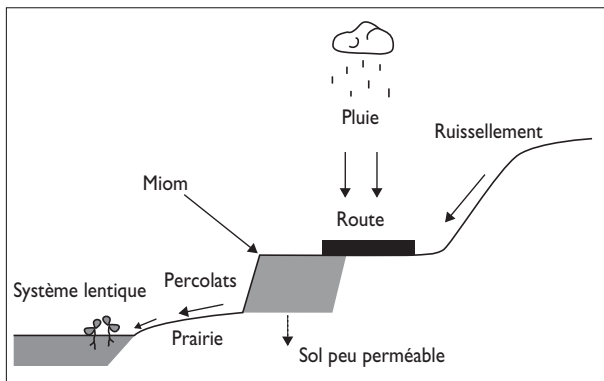


Figure 1 : Scénario d'étude de Miom valorisés en technique routière.

correspond ni aux pratiques courantes de mise en œuvre des mâchefers ni aux recommandations de la circulaire ministérielle du 9 mai 1994 (Mate, 1994). Il a été élaboré pour les besoins de l'étude et pour la mise au point de la méthodologie. La forte exposition est nécessaire pour obtenir une réponse biologique et évaluer les procédures d'essais.

Le potentiel toxique des Miom vis-à-vis de systèmes aquatiques lenticques a été évalué à l'aide de deux approches méthodologiques basées sur des bioessais de complexité croissante : (i) une première approche s'appuyant sur des essais de toxicité normalisés et (ii) une seconde approche en microcosmes de laboratoire. Ferrari et al. [1999] et Lapa et al. [2002] ont mis en évidence la pertinence de l'emploi des bioessais normalisés sur algues *Pseudokirchneriella subcapitata* et microcrustacés *Daphnia magna* pour l'évaluation du potentiel toxique des Miom ainsi que leurs sensibilités vis-à-vis des contaminants présents dans ces matrices. Un bioessai visant à quantifier l'inhibition de la croissance de lentilles d'eau *Lemna minor* a également été retenu du fait de l'occurrence de ces organismes dans les zones littorales des lacs et plans d'eau.

Les bioessais monospécifiques, réalisés en laboratoire et dans des conditions standardisées, permettent de comparer la toxicité de matrices simples et complexes entre elles ainsi que la sensibilité relative des espèces. Les microcosmes de laboratoire ou systèmes multi-espèces permettent, en comparaison, de déterminer les réponses de plusieurs populations exposées simultanément à la même perturbation dans un écosystème reconstitué, en tenant compte de tous les compartiments abiotiques présents (colonne d'eau et sédiment) et des interactions entre ces populations et avec leur milieu - compétition entre espèces d'un même niveau trophique, relations trophiques, cycles des nutriments, etc., [Cairns & Cherry, 1993]. Un écosystème lenticque a ainsi été reconstitué à l'échelle du laboratoire, en microcosmes de 2 litres, sur la base du protocole précédemment mis au point par Clément et Cadier [1998]. Ce protocole a pu être validé sur un toxique de référence, le cuivre, et appliqué à d'autres matrices polluantes tels que des sédiments de dragage de canaux [Clément et al., 2004]. Plusieurs espèces appartenant à différents niveaux trophiques y ont été exposées simultanément aux percolats de Miom. Des paramètres physico-chimiques et biologiques ciblés ont permis d'évaluer l'impact des contaminants sur le fonctionnement du microcosme.

MÉTHODOLOGIES

Production, collecte et analyses physico-chimiques des percolats de Miom

Les Miom étudiés, préalablement déferrailés et maturés étaient définis comme potentiellement valorisables en

technique routière, soit de type V au regard de la circulaire ministérielle du 9 mai 1994. Les percolats ont été produits à l'aide d'un lysimètre de laboratoire : 200 Kg de Miom ont été compactés à leur Optimum Proctor [Arquie & Morel, 1988] et arrosés quotidiennement avec 5 litres d'eau déminéralisée saturée en oxygène. Les percolats ont été collectés en trois fractions correspondant à 3 rapports massiques liquide/solide de 0.5 (P1), 1.0 (P2) et 1.5 (P3).

Les teneurs en métaux totaux (Cd, Cr VI, Cu, Ni, Pb et Zn) ont été déterminées par application de la norme NF T 90-112 (Afnor, 1986) à l'aide d'un spectromètre d'absorption atomique (Hitachi, modèle Z-8 200) sur les percolats minéralisés par digestion acide (Iso, 2001), filtrés à 0.45 µm et acidifiés (acide nitrique, pH<2). La détermination des teneurs en ions a été réalisée par chromatographie ionique (Dionex, modèle DX-100) sur les percolats filtrés à 0.45 µm. Le protocole de dosage des anions s'appuie sur la norme NF T 90-042 (Afnor, 1988), il a été adapté pour le dosage des cations. Le carbone organique dissous a été dosé dans les percolats filtrés à 1.2 µm (filtre en fibre de verre Whatmann GF/C) et acidifiés (acide orthophosphorique, pH<2). Le protocole analytique repose sur la norme NF EN 1484 (Afnor, 1997). Dans ce cas, l'eau à analyser subit l'action oxydante d'une solution de persulfate de sodium conjointement à l'action de rayons ultra-violet. Le gaz carbonique obtenu est mesuré par un détecteur infrarouge (PPM, modèle Labtoc).

Bioessais monospécifiques

– *Test d'inhibition de la croissance algale, norme NF T 90-375 (Afnor, 1998).*

Les algues unicellulaires *Pseudokirchneriella subcapitata* ont été exposées aux percolats de Miom durant 72 heures, sous lumière continue. Au terme de l'exposition, la concentration cellulaire a été déterminée à l'aide d'un compteur de particules (Beckman Coulter, modèle Coulter Counter Z1, seuil de coupure 3.6 µm). La concentration de percolat inhibant 50 % de la croissance algale a été déterminée par régression linéaire.

– *Test d'inhibition de la croissance de lentilles d'eau, norme XP T 90-337 (Afnor, 1996).* L'exposition des lentilles d'eau *Lemna minor* a été conduite sur les percolats de Miom durant 96 heures, sous lumière continue, en conditions statiques. L'accroissement du nombre de frondes a été déterminé quotidiennement. La concentration inhibant 50 % de l'accroissement du nombre de frondes a été définie par régression linéaire après transformation logarithmique des concentrations.

– *Test d'inhibition de la mobilité des daphnies, norme Iso 6341 (1989).* Les capacités de mobilité des daphnies *Daphnia magna* ont été évaluées après 24 et 48 heures d'exposition aux percolats de Miom à l'obscurité. La concentration immobilisant 50 % des daphnies en 24 heures a été déterminée par interpolation graphique

(méthode des probits).

Essais en microcosme de laboratoire

Les microcosmes ont été réalisés dans des récipients en verre de 2 litres et constitués : (i) d'une colonne d'eau synthétique, milieu de culture algale appauvri en azote, phosphore et Fer-EDTA [OCDE, 1993 ; Clément & Cadier, 1998], et (ii) d'un sédiment naturel, sédiment carbonaté prélevé dans le lac d'Aiguebelette (Savoie, France) précédemment utilisé dans notre laboratoire.

A J(-4), le sédiment, tamisé à 2 mm, a été introduit dans les béchers (150 g). 1 litre de milieu a ensuite été ajouté avec précaution afin de limiter la remise en suspension du sédiment. Après décantation des plus grosses particules (24 h), la colonne d'eau a été aérée en permanence par un bullage léger afin de la saturer en oxygène. Une phase de repos de 4 jours a été observée, en l'absence de lumière, afin d'aboutir à un équilibre entre la phase eau et la phase sédiment. La température a été maintenue à 20 ± 2 °C.

A J(0), un second litre de milieu O.C.D.E., dans lequel la dilution de percolat avait été au préalable réalisée, a été ajouté. Les concentrations suivantes ont été évaluées : 1.56, 4.0 et 8.0 % pour les 3 fractions successives de percolats produits par le lysimètre, intitulé respectivement P1, P2 et P3. Les organismes ont ensuite été introduits dans la colonne d'eau : 10 000 cellules algales par mL de *Pseudokirchneriella subcapitata*, 3 colonies de 2 frondes de *Lemna minor*, 10 *Daphnia magna* âgées de moins de 24 heures, 10 crustacés amphipodes *Hyaella azteca* âgés de 2 semaines en moyenne et 25 larves de *Chironomus riparius* âgées de 2 jours après leur éclosion. La figure 2 présente un schéma simplifié d'un microcosme de laboratoire de 2 litres.

Une photopériode de 16 heures de jour a été appliquée à l'aide de néons de type lumière du jour. L'intensité lumineuse reçue à la surface des microcosmes était de 2 000 lux. Les microcosmes ont été déplacés aléatoirement, quotidiennement afin de limiter les éventuelles variations liées à des différences d'éclairement. La nourriture pour les organismes benthiques a été apportée sous la forme de flocons d'aliments pour poissons déshydratés et pilés (TétraMin), à raison de 10 mg par microcosme et par jour.

Pour chaque traitement, neuf microcosmes sont mis en place à J(0). La durée d'expérimentation est de 30 jours et trois microcosmes par traitement ont été arrêtés après 10, 21 et 30 jours d'exposition afin de permettre un bilan de l'effet des percolats.

La température, le pH, la conductivité, et la teneur en O₂ dissous dans la colonne d'eau ont été mesurés 2 à 3 fois par semaine. Le tableau I précise les paramètres biologiques retenus pour caractériser les effets des percolats sur les écosystèmes reconstitués, leurs fréquences de mesure et méthodologies.

Les données recueillies ont été analysées statistique-

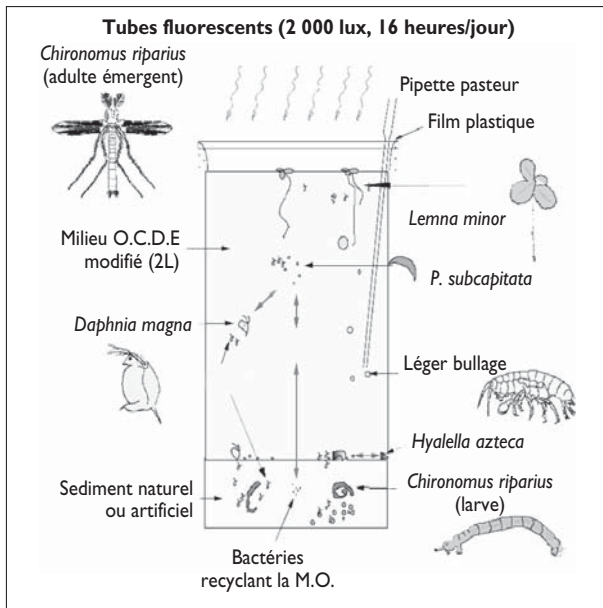


Figure 2 : Schéma simplifié d'un microcosme de laboratoire.

Tableau I : Paramètres biologiques suivis au cours d'un essai en microcosme de 2 litres

Organisme	Critère d'effet	Fréquence de mesure	Méthodologie
<i>P. subcapitata</i>	Chlorophylle <i>a</i>	10, 20, 30 j	Filtration 1.2 µm Extraction acétone Méthode trichromatique (ASTM, 1993)
<i>L. minor</i>	Bourgeonnement Production primaire	2 x / semaine 10, 20, 30 j	Dénombrement frondes Biomasse sèche (60°C, 24 h)
<i>D. magna</i>	Survie Croissance Reproduction	2 x / semaine 10, 20, 30 j 2 x / semaine	Dénombrement Biomasse fraîche et sèche Dénombrement (siphonnage)
<i>H. azteca</i>	Survie Croissance	10, 20, 30 j 10, 20, 30 j	Dénombrement Biomasse fraîche et sèche
<i>C. riparius</i>	Survie Croissance	10, 20, 30 j 10, 20, 30 j Journalier	Dénombrement Biomasse fraîche et sèche Emergence

ment par comparaison de rang à l'aide des tests non paramétriques de Kruskal-Wallis ($p < 0.05$, Statview 4.5) et Mann-Whitney ($p < 0.05$; Statview 4.5).

Résultats

Caractérisation chimique des percolats de Miom

Les pH ont eu tendance à diminuer au cours de la production des percolats de Miom (tableau II), ils présentaient cependant des valeurs fortement basiques (≥ 10.5).

Les teneurs en C.O.D. ont très nettement diminué de P1 à P3 (tableau II). Une grande partie de la matière organique présente dans la phase aqueuse des Miom a dû être entraînée par le flux d'eau au début de la percolation, expliquant les teneurs élevées en C.O.D. dans les sous fractions de la fraction P1 (> 200 mg/L). La matière organique est principalement constituée dans les Miom par de la cellulose et de la lignine ayant mal

brûlé [Pépin et al., 2001 ; Ferrari et al., 2002]. D'autres constituants, plus faiblement représentés, ont pu être extraits par l'eau, tels que les substances humiques, acides carboxyliques, glycérol, etc. [Pépin et al., 2001]. La matière organique aura également pu être partiellement dégradée par les micro-organismes au cours de la percolation, processus biologique observé au cours de la maturation d'andin de Miom [Dugenes et al., 1999]. Les teneurs en plomb et cuivre ont progressivement diminué au cours de la production des percolats. Les teneurs initiales élevées en cuivre sont liées à la présence de ce métal dans les Miom. Les résultats des analyses ne montrent pas de tendance pour le zinc et le chrome. La conductivité des percolats a suivi une évolution similaire, soit une diminution de P1 à P3. Les ions principalement détectés dans les percolats sont les chlorures, sulfates, sodium et potassium. La figure 3 présente l'évolution de ces ions dans les sous-fractions de percolats de Miom. Leurs origines sont doubles [Kirby & Rimstidt, 1994] :

(i) dissolution complète des sels présents en solution dans le mâchefer compacté (NaCl, KCl, etc.) et (ii) réaction de l'eau avec certaines phases solides telles que la calcite (CaCO_3) et le gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Ils ont ensuite été entraînés par le flux d'eau descendant. Ces phénomènes ont eu lieu progressivement dans le temps. A la fin de la collecte de P3, un équilibre semblait avoir été atteint. Les teneurs en ion calcium ont progressivement augmenté aux cours de la production des percolats. Elles sont toutefois restées faibles (tableau II). Les Miom sont des matériaux instables en conditions aérobies. Les composés alcalins présents dans la matrice, notamment la chaux, sont progressivement carbonatés par réaction avec le CO_2 atmosphérique et le CO_2 issu de la

Tableau II : Paramètres chimiques caractérisant les percolats de Miom, P1 à P3

Paramètres	P1	P2	P3
pH	10.7	10.6	10.5
Conductivité (mS/cm)	1.98	1.94	1.13
C.O.D. (mg/L)	203.9	77.8	36.6
Pb (mg/L)	0.116	< 0.050	< 0.050
Zn (mg/L)	0.122	< 0.020	0.150
Cu (mg/L)	10.00	4.28	1.34
Cd (mg/L)	< 0.005	< 0.005	< 0.005
Cr VI (mg/L)	0.21	< 0.02	< 0.02
Ni (mg/L)	0.052	0.026	0.095
Ca ²⁺ (mg/L)	< 16	< 39	32.9
Cl ⁻ (mg/L)	5239.2	3314.8	1639.4
K ⁺ (mg/L)	1705.1	1056.7	647.4
Na ⁺ (mg/L)	5961.5	3511.2	2228.0
SO ₄ ²⁻ (mg/L)	1400.8	771.0	374.3

* Teneur en chrome total.

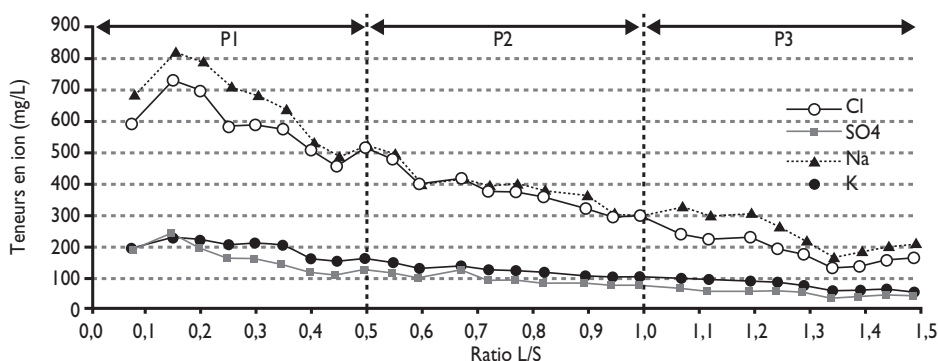


Figure 3 : Evolution des teneurs en Cl⁻, SO₄²⁻, Na⁺ et K⁺ dans les percolats de Miom

biodégradation de la matière organique [Meima & Comans, 1999]. Cette carbonatation s'accompagne d'une baisse du pH et entraîne notamment la solubilisation des sulfates de calcium. La présence de sable à la surface du lysimètre a limité les contacts des mâchefers avec l'air et, de fait, le processus de carbonatation et la solubilisation du calcium.

Bioessais monospécifiques

Les bioessais ont été réalisés sur chaque fraction de percolats de Miom collectée, à des concentrations croissantes de 0 à 90 %. Le pH des percolats a systématiquement été ajusté à une valeur proche de 8.0 ± 0.5, le pH très alcalin des percolats étant supérieur aux limites de pH supportables pour les organismes test (6 à 9). Les matrices ont été testées filtrées (Whatmann GF/C, fibre de verre, 1.2 µm) et non filtrées. L'essai sur algue n'a été réalisé que sur matrice filtrée du fait de l'utilisation d'un compteur à particules.

Les daphnies n'ont pas présenté de signe d'intoxication vis-à-vis de P1, P2 et P3, quel que soit l'ajustement du pH (compris entre 7.0 et 8.5), avec ou sans filtration. La toxicité de ces matrices à l'égard des algues *P. subcapitata* a diminué au cours de la production des percolats.

Tableau III : Résultats des bioessais monospécifiques algue, lentille d'eau et daphnie (NT : non toxique)

	pH ajusté	Matrice filtrée	P1	P2	P3
Cl ₅₀ algue, 72 h (%)	X	X	< 1.56	5.5	34.6
CE ₅₀ daphnie, 24 h (%)	X	X	NT	NT	NT
CE ₅₀ daphnie, 24 h (%)	X		NT	NT	NT
Cl ₁₀ lentille, 96 h (%)	X	X	24.0	44.0	< 1.56
Cl ₁₀ lentille, 96 h (%)	X		13.8	50.6	< 1.56

Tableau IV : pH initiaux des eaux surnageantes (moyenne ± écart-type, n = 9)

	P1		P2		P3	
	Moyenne	CV (%)	Moyenne	CV (%)	Moyenne	CV (%)
Témoin	8.2	0.7	8.1	0.5	8.1	0.9
1.56 %	8.3	1.2	8.3	0.2	8.2	0.3
4.0 %	8.7	0.4	8.6	0.5	8.3	0.1
8.0 %	9.0	0.3	9.0	0.3	8.5	0.2

La réponse des lentilles d'eau était moins forte pour P2, elle augmentait en revanche dans le cas de P3. Ces données peuvent être mises en relation avec les teneurs en nickel plus élevées en P3. Un résumé des résultats obtenus est présenté dans le tableau III.

Essais en microcosmes de laboratoire

Impacts des percolats de Miom sur la colonne d'eau

La température de la colonne d'eau a été stable au cours des 30 jours de mesures (moyenne de 21.0 ± 0.5 °C) pour les 3 essais considérés. Les teneurs en O₂ dissous ont été maintenues à des niveaux supérieurs à 80 %. Elles ont augmenté en fin d'essai en relation avec l'activité photosynthétique des algues *P. subcapitata*. La conductivité initiale des eaux surnageantes était proportionnelle à la concentration de percolat, les niveaux de conductivité atteints diminuant pour une même concentration de P1 à P3. Ce paramètre a progressivement diminué au cours des 30 jours d'essais, les sels minéraux ayant été pour partie piégés par le sédiment et, pour partie consommés par les producteurs primaires.

Le pH des percolats n'a pas été ajusté avant leur introduction dans les microcosmes, contrairement à la situation des bioessais monospécifiques. Le rôle tampon du sédiment a permis à la colonne d'eau de retrouver un pH proche de celui des témoins dans les 72 à 96 heures suivant la contamination par les percolats de Miom. Le niveau des pH initiaux des eaux dépendait du percolat et de la concentration considérée (tableau IV). Le pH a ensuite progressivement augmenté (1 unité de pH en moyenne), conséquence de l'activité photosynthétique des algues.

Impacts des percolats sur les organismes pélagiques

A l'exception du percolat P1 pour lequel les daphnies mères ont présenté une mortalité élevée après 3 jours d'exposition à P1 (figure 4), la concentration de 1.56 % n'a pas présenté d'effets d'intoxication significatifs sur les espèces présentes dans la colonne d'eau (*Pseudokirchneriella subcapitata*, *Lemna minor*, *Daphnia magna*).

La faible survie des daphnies a conduit à la réintroduction de jeunes dans les microcosmes contaminés par les percolats de Miom dès 3 jours d'exposition. La survie était inversement liée à la concentration de percolat et, ceci, pour les 3 percolats testés (figure 4). Les effets étaient moindres lorsque le ratio eau/Miom augmentait. La prise en charge des contaminants par le milieu (réactions de complexation avec la matière organique et/ou certains éléments minéraux, réactions d'oxydation, adsorption sur les particules du sédiment ou les matières en suspension, etc.) pourrait expliquer les effets moindres observés sur

Tableau V : Suivi des organismes pélagiques exposés aux percolats de Miom (moyenne ± écart-type, n = 3)

		Chloro. a J(10) (µg/L)	Survie Dm J(10) (%)	Cumul Dj J(30)	PS / fronde Lm J(30) - mg
P1	0	143.0 ± 46.9	95.6 ± 5.3	162 ± 194.0	0.25 ± 0.02
	1.56 %	137.8 ± 7.3	83.3 ± 11.2	271.7 ± 310.5	0.28 ± 0.01
	4.0 %	54.9 ± 20.0	53.3 ± 12.2 *	169.0 ± 149.5	0.26 ± 0.01
	8.0 %	17.7 ± 9.9 *	23.3 ± 15.8 *	108.3 ± 98.2	0.24 ± 0.05
P2	0	42.8 ± 7.7	88.9 ± 7.4	874 ± 91.0	0.41 ± 0.03
	1.56 %	61.7 ± 9.8	72.2 ± 13.0 *	818.0 ± 29.5	0.35 ± 0.03 *
	4.0 %	64.9 ± 7.4 *	96.7 ± 5.8	136.3 ± 153.7	0.15 ± 0.01 *
	8.0 %	4.0 ± 2.2 *	50.0 ± 26.5	1.3 ± 0.6	0.13 ± 0.01 *
P3	0	111.5 ± 35.4	90.0 ± 8.2	1046 ± 8.0	0.33 ± 0.02
	1.56 %	28.2 ± 2.4 *	90.0 ± 10.0	717.3 ± 143.5	0.34 ± 0.06
	4.0 %	27.6 ± 9.1 *	96.7 ± 5.8	640.3 ± 142.3	0.33 ± 0.02
	8.0 %	5.9 ± 7.0 *	30.0 ± 17.3 *	25.7 ± 27.2	0.16 ± 0.02 *

Dm : daphnies mères, Dj : jeunes daphnies,

PS/fronde Lm : poids sec par fronde de Lemna minor.

* : données significativement différentes des témoins.

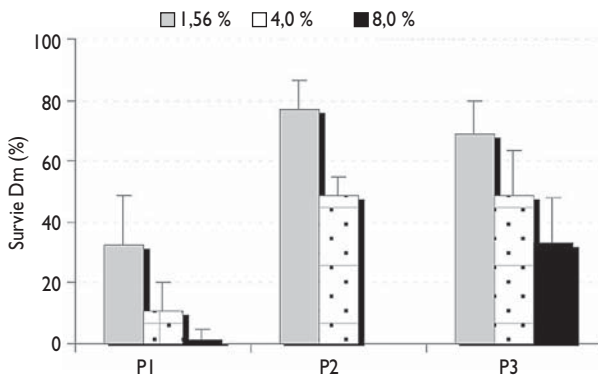


Figure 4 : Survie des daphnies mère (Dm) à J(3) (moyenne ± écart-type, n = 9)

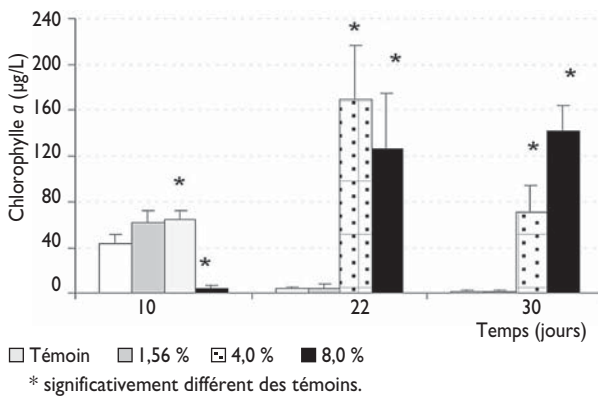


Figure 5 : Évolution des teneurs en chlorophylle a, exposition au percolat P2, (moyenne ± écart-type, n = 3)

le second lot de daphnies introduites (tableau V). Les daphnies se sont ensuite maintenues à des taux de survie supérieurs à 80 % jusqu'au 20^e jour d'essai, la mortalité augmentant ensuite plus ou moins rapidement. L'épuisement des ressources alimentaires (algues et péri-

Tableau VI : Suivi des organismes du sédiment exposés aux percolats de Miom (moyenne ± écart-type, n = 3)

		Survie Ha J(30) (%)	Survie Cr J(30) (%)	Emergence Cr J(30) (%)
P1	0	43.3 ± 15.3	86.0 ± 5.2	88.9 ± 11.4
	1.56 %	43.3 ± 25.2	69.3 ± 19.6	79.2 ± 17.3
	4.0 %	26.7 ± 28.9	55.3 ± 4.6 *	68.1 ± 16.1
	8.0 %	63.3 ± 20.8	0.0 ± 0.0 *	0.0 ± 0.0 *
P2	0	86.7 ± 15.3	81.3 ± 12.2	69.6 ± 13.9
	1.56 %	96.7 ± 5.8	88.0 ± 8.0	82.6 ± 4.0
	4.0 %	80.0 ± 10.0	62.7 ± 8.3	34.8 ± 6.1 *
	8.0 %	56.7 ± 15.3	44.0 ± 28.0 *	15.2 ± 4.6 *
P3	0	93.3 ± 15.3	72.3 ± 16.3	80.0 ± 3.6
	1.56 %	93.3 ± 15.3	90.3 ± 8.5	88.0 ± 2.0
	4.0 %	70.0 ± 17.3	75.3 ± 2.3	61.0 ± 1.0 *
	8.0 %	53.3 ± 11.5 *	20.0 ± 5.2 *	40.0 ± 4.0 *

* : données significativement différentes des témoins.

Ha : *Hyalella azteca* ; Cr : *Chironomus riparius*

phyton) dans la colonne d'eau est probablement à l'origine de ce déclin [Clément & Cadier, 1998]. Des retards de première ponte ont été observés pour les concentrations de percolat les plus élevées. Les effets les plus marqués sur la reproduction ont été enregistrés à la concentration de 8.0 % (tableau V).

Les algues représentent, dans les microcosmes, la principale source de nourriture des daphnies. Lorsque ces organismes ont atteint l'âge adulte, leur activité de brouillage permet un contrôle efficace du développement de la population algale. L'exposition aux fortes concentrations de percolats a induit des signes de toxicité chez les populations algales. Ces effets, traduits par des teneurs en chlorophylle *a* plus faibles à J(10) que dans les témoins, sont plus fortement marqués à 8.0 % et ne s'atténuent pas avec l'augmentation du ratio eau/Miom (tableau V). La faible survie des daphnies mères exposées à 4.0 et 8.0 % a facilité le développement des algues survivantes, ce qui s'est traduit par des teneurs en chlorophylle *a* plus élevées à J(22) et J(30) que dans les témoins. La figure 5 présente l'exemple de l'exposition aux percolats P2.

La croissance des lentilles d'eau, quantifiée par le cumul du nombre de frondes produites, a été exponentielle pour l'ensemble des traitements et essais considérés. La mesure des poids secs individuels par fronde indique que les effets des percolats sur ces organismes sont liés à la concentration considérée ; plus la concentration augmente, plus la croissance est ralentie (tableau V). Ceci s'est essentiellement traduit par une production primaire à 1.56, 4.0 et 8.0 % significativement plus faible que dans les témoins, plus marquée aux plus fortes concentrations, notamment pour P2.

Impacts des percolats sur les organismes du sédiment

La survie des amphipodes *Hyalella azteca* et des larves de chironomes a été satisfaisante dans les contrôles ; à J(30), elle était supérieure à 80 % (tableau VI), excepté pour les amphipodes des témoins P1. Les organismes exposés aux percolats de mâchefers ont présenté des survies inversement liées à la concentration d'exposition. Dans le cas des chironomes, ces effets se sont atténués avec l'augmentation des ratios eau/Miom.

Le développement des larves de chironomes a été perturbé par l'exposition aux percolats de mâchefers. Plus la concentration était élevée, plus les effets étaient importants en comparaison des témoins qui ont présenté un développement satisfaisant. Le taux d'émergence de ces organismes témoins était en effet compris entre 70 et 90 % (tableau VI).

DISCUSSION - CONCLUSION

Les bioessais mis en œuvre indiquent que la toxicité des percolats diminue globalement de la fraction P1 à la fraction P3. Cette évolution est à mettre en relation avec la diminution des teneurs en principaux éléments des percolats (COT, anions et cations, métaux lourds). Le

bioessai sur algue a présenté une sensibilité supérieure à l'essai d'inhibition de la mobilité des daphnies, observations corroborant les précédents résultats de Ferrari *et al.* [1999] et Lapa *et al.* [2002]. Le test sur lentille d'eau s'est situé entre les deux.

Cette étude souligne l'intérêt d'utiliser un essai en microcosmes de 2 litres [Clément & Cadier, 1998] pour l'étude de matrices liquides complexes du type percolat de déchets. Les réponses des systèmes étaient liées, d'une part, au niveau de contamination des percolats et, d'autre part, à la concentration du percolat considéré. Plus le ratio massique eau/Miom augmentait, plus les effets observés sur les organismes diminuaient en intensité, voire disparaissaient. Un gradient d'effets a pu être mis en évidence entre les concentrations : 8.0 % > 4.0 % > 1.56 %.

Chaque organisme, pélagique ou benthique, a présenté des signes d'intoxication dans les microcosmes de 2 litres (tableau VII). Les effets des percolats sur les algues *P. subcapitata* ont été directement visibles sur les mesures de chlorophylle *a* réalisées à J(10). Les daphnies ont été affectées tant au niveau de leur survie que de leur reproduction. Les mesures de biomasse ont mis en évidence des ralentissements de croissance des lentilles d'eau qui se sont manifestés par une production primaire plus faible en comparaison des témoins. La caractérisation du bourgeonnement a été faiblement discriminante face à ces contaminations. Les organismes du sédiment, amphipodes et larves de chironomes, ont présenté des retards de développement conjointement à une mortalité élevée aux plus fortes concentrations de percolats de Miom appliquées.

Les algues *P. subcapitata* ont manifesté une forte sensibilité tant dans le cadre des essais monospécifiques qu'au cours des essais en microcosmes. L'impact des percolats sur la croissance algale tend à diminuer lorsque le ratio eau/Miom augmente mais il reste plus marqué dans les essais en microcosmes que dans les essais monospécifiques. L'ajustement du pH des percolats, réalisé dans cette seconde approche, peut être à l'origine d'une réduction de la mobilité des contaminants, les métaux lourds notamment, et, de fait, d'une toxicité moins marquée. La CI50 algale pour le percolat P3 était de 34.6 % pour l'essai monospécifique contre une inhibition de 75.0 % en moyenne dès la concentration de 1.56 % dans les essais en microcosmes.

Les bioessais ne permettaient pas d'envisager les effets observés dans les microcosmes sur la survie et la reproduction de *Daphnia magna*. Dans les microcosmes, la régulation du pH de la colonne d'eau s'est faite selon des processus physico-chimiques et une cinétique bien différents de ce qui a pu avoir lieu dans les essais monospécifiques. Au cours de ces derniers, l'ajustement du pH a, notamment, induit la formation de précipités ayant probablement piégé un grand nombre de contaminants, réduisant ainsi l'exposition des organismes. Les daphnies

Tableau VII : Synthèse des effets des percolats de Miom sur le compartiment biotique des microcosmes

Organismes	Critères d'effets	P1	P2	P3
<i>P. subcapitata</i>	Croissance J(10)	Croissance inversement liée à la concentration		
<i>D. magna</i>	Survie J(3)	Survie inversement liée à la concentration		
	Survie J(10)	Survie inversement liée à la concentration	Pas d'effet aux conc. 1.56 et 4.0 %	
	Reproduction	Pas d'effet	Inhibition > à 80 % aux conc. 4.0 et 8.0 %	Inhibition de 40 % à la conc. 4.0 %, > à 90 % à la conc. 8.0 %
<i>L. minor</i>	Croissance J(30)	Pas d'effet	Inhibition de 15 % à la conc. 1.56 % et de plus de 60 % aux conc. 4.0 et 8.0 %	Inhibition de 50 % à la conc. 8.0 %
<i>H. azteca</i>	Survie J(30)	Inhibition de 45 % à la conc. 8.0 %		
<i>C. riparius</i>	Survie J(30)	Survie inversement liée à la concentration		
	Emergence J(30)	Pas d'effet à la conc. de 1.56 % Emergence inversement liée à la concentration pour 4.0 et 8.0 %		

ont été exposées, dans les microcosmes, par le biais de plusieurs voies : la colonne d'eau, les algues, contaminées ou non, présentes dans la colonne d'eau mais aussi sur le sédiment. L'ensemble de ces facteurs peuvent expliquer la plus forte sensibilité des daphnies dans les microcosmes en comparaison des bioessais. De plus, la toxicité des contaminants peut avoir été modifiée dans les microcosmes, accrue ou non ; les polluants ayant pu être transformés, métabolisés, et/ou s'adsorber sur les particules en suspension dans la colonne d'eau. Les lentilles d'eau ont été plus sensibles aux percolats de mâchefers dans les microcosmes excepté lors de l'exposition à P3. Des précipités se sont formés lors des essais monospécifiques ; ils ont pu, comme dans le cas des daphnies, limiter l'exposition des organismes. Ces différences de réponses et de niveaux de toxicité entre essais monospécifiques de laboratoire et essais plus complexes de type microcosmes ont été observées lors d'études précédemment menées sur des percolats de mâchefers. Canivet et Fruget [2002] ont notamment enregistré des niveaux de toxicité plus élevés, à concentrations égales, pour divers invertébrés en rivières artificielles extérieures en comparaison d'essais monospécifiques de laboratoire. La complexité du dispositif expérimental extérieur, notamment du milieu, peut expliquer ces différences de sensibilité [Canivet & Fruget, 2002]. Les deux approches méthodologiques envisagées dans notre étude, par bioessais monospécifiques et microcosmes, se sont révélées complémentaires. Les résultats observés en microcosmes, notamment sur les daphnies, étaient difficilement prédictibles sur la base de la gamme de concentrations testées avec les bioessais recommandés pour l'étude de ces matrices [Ferrari et al., 1999 ; Lapa et al., 2002]. Les microcosmes ont permis d'exposer simultanément aux mêmes matrices liquides, aussi bien des organismes pélagiques que benthiques. L'impact des percolats a pu être évalué sur chacun des compartiments constituant les écosystèmes reconstitués. Les effets indirects des percolats sur le fonctionnement des systèmes,

au travers par exemple des interactions trophiques entre algues et daphnies, ont été mis en évidence.

La concentration environnementale prévisible (PEC), définie dans le scénario d'étude [Triffault-Bouchet et al., 2003], est de 0.46 %. Elle a été déterminée pour un événement pluvieux exceptionnel de 100 mm apportant un volume de percolat ponctuel au niveau de la zone côtière d'un lac de petite taille. Les résultats des essais en microcosmes

ne permettent pas d'établir une concentration probable sans effet (PNEC). Cependant, hormis la toxicité aiguë enregistrée chez les daphnies lors des 3 premiers jours d'essai, la concentration de 1.56 % de percolats P1 est proche de cette concentration sans effet pour l'écosystème lentique reconstitué dans les microcosmes. La différence entre la PEC calculée et la concentration présentant les premiers effets (1,56 %) est faible. Le facteur de sécurité est proche de 4, soit inférieur à 10, facteur de sécurité couramment utilisé dans le cadre de la caractérisation du risque par l'emploi de bioessais complexes [Chapman et al., 1998]. Ces concentrations ne se réfèrent pas aux mêmes conditions de diffusion des percolats dans l'écosystème récepteur. La PEC définit un flux de percolats qui diffusent sur toute la longueur du remblai routier, à la suite d'un épisode pluvieux. Dans les

Remerciements

Cette étude a été financée, pour partie, par l'Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie dans le cadre d'une thèse de doctorat visant à compléter la méthodologie d'évaluation de l'écocompatibilité des déchets et, pour partie, par le ministère de l'Équipement, des Transports, du Logement, du Tourisme et de la Mer. Les auteurs remercient M. Ghidini-Fatus, et T. Bastide pour leur savoir-faire technique en matière d'analyses physico-chimiques, M. Danjean pour son appui technique et A. Mesbah (Laboratoire Géo-Matériaux de l'ENTPE) pour ces conseils dans le cadre de la mise en œuvre du lysimètre de laboratoire.

Afnor, 1988, *Essais des eaux – Dosage d'anions (F, Cl, NO₂, NO₃, Br, PO₄³⁻, SO₄²⁻) par chromatographie ionique, norme T 90-042.*

Afnor, 1996, *Détermination de l'inhibition de croissance de Lemna minor, norme XP T 90-337.*

Afnor, 1997, *Analyse de l'eau – Lignes directrices pour le dosage du carbone organique total (TOC) et carbone organique dissous (COD), norme NF EN 1484.*

Afnor, 1998, *Qualité de l'eau - Détermination de la toxicité chronique des eaux par inhibition de la croissance de l'algue d'eau douce Pseudokirchneriella subcapitata (Selenastrum capricornutum), norme NF T90-375.*

ASTM, 1993, *Standard practices for measurement of chlorophyll content of algae in surface waters, D 3731-87, in ASTM Standards on Aquatic Toxicology and Hazard Evaluation, 2-5.*

Arquie G. & Morel G., 1988, *Le Compactage, Eyrolles, Paris, 321.*

Cairns J.Jr. & Cherry D.S., 1993, *Freshwater multi-species test systems, in*

Bibliographie

Ademe, 2002, *Évaluation de l'écocompatibilité de scénarios de stockage et de valorisation des déchets, Connaître pour Agir, Ademe, Angers, 148.*

Afnor, 1986, *Dosage de 10 éléments métalliques par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, norme NF T 90-112.*

Handbook of ecotoxicology, volume 1, Calow P. (ed.), Blackwell scientific publications, Oxford, 1^{ère} édition, 101-116.

Canivet V. & Fruget J.-F., 2002, *Écocompatibilité des eaux de percolation de déchets stabilisés – Évaluation écotoxique au laboratoire et étude expérimentale en canaux artificiels extérieurs*, Déchets Sciences et Techniques 28, 8-14.

Chapman P.M., Fairbrother A. & Brown D., 1998, *A critical evaluation of safety (uncertainty) factors for ecological risk assessment*, Environmental Toxicology and Chemistry, 17 (1), 99-108.

Clément B., Devaux A., Perrodin Y., Danjean M. & Ghidini-Fatus M., 2004, *Assessment of sediment ecotoxicity and genotoxicity freshwater laboratory microcosms*, Ecotoxicology Vol. 13, n°4.

Clément B. & Cadier C., 1998, *Development of a new laboratory freshwater/sediment microcosm test*, Ecotoxicology, 7, 279-290.

Dugenes S., Casabianca H. & Grenier-Loustalot M.F., 1999, *Municipal solid waste incineration bottom ash : physico-chemical characterization of organic matter*, Analisis, 27, 75-81.

Elendt B.P. & Bias W.R., 1990, *Trace nutrient deficiency in Daphnia magna cultured in standard medium for toxicity testing. Effects of the optimization of culture conditions on life history parameters of Daphnia magna*, Water Research, 24, 1157-1167.

Ferrari S., Belevi H. & Baccini P., 2002, *Chemical speciation of carbon in municipal solid waste incinerator residue*, Waste Management, 22 : 303-314.

Ferrari B., Radetski C.M., Veber A.M. & Ferard J.-F., 1999, *Ecotoxicological assessment of solid wastes : a combined liquid- and solid-phase testing approach using a battery of bioassays and biomarkers*, Environmental Toxicology and Chemistry, 18, 6, 1195-1202.

François D., Legret M., Demare D., Fraquet P. & Berga P., 2000, *Comportement mécanique et environnemental de deux chaussées anciennes réalisées avec des mâchefers d'incinération d'ordures ménagères*, Bulletin des Laboratoires des ponts et chaussées, 227, 15-30.

Grelier-Volatière L., Hugrel C., Perrodin Y. & Château L., 2002, *Évaluation de l'écocompatibilité de déchets mis en dépôts ou valorisés en travaux publics : une méthode pluridisciplinaire pour une approche « en scénario »*, Revue des Sciences de l'eau, 15, 57-66.

ISO, 2001, *Qualité du sol – Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales – Partie 1 : mise en solution par l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique*, norme NF ISO 14869-1.

ISO, 1989, *Qualité de l'eau – Détermination de l'inhibition de la mobilité de Daphnia magna Straus (Cladocera, Crustacea)*, norme ISO 6341

Kirby C.S. & Rimstidt, 1994, *Interaction*

of municipal solid waste ash with water, Environmental Science and Technology, 28, 443-451.

Kosson D.S., Van der Sloot H.A. & Eighmy T.T., 2000, *An approach for estimation of a contaminant release during utilization and disposal of municipal waste combustion residues*, Journal of Hazardous Materials, 47, 43-75.

Lapa N., Barbosa R., Morais J., Mendes B., Méhu J. & Santos Oliveira J.F., 2002, *Ecotoxicological assessment of leachates from MSWI bottom ashes*, Waste Management, 22, 583-593.

MATE, 1994, *Circulaire ministérielle n° 94-IV-1 du 9 mai 1994 - Élimination des mâchefers d'incinération des ordures ménagères*.

Meima J.A. & Comans R.N.J., 1999, *The leaching of trace elements from municipal solid waste incinerator bottom ash at different stages of weathering*, Applied Geochemistry, 14, 159-171.

OCDE, 1993, *Algal growth inhibition test # 201*, OCDE guideline for testing of chemicals.

Pépin G., Bartet B. & Nominé M., 2001, *Caractérisation et détermination de la matière organique dans les mâchefers d'incinération d'ordures ménagères (Miom)*, Miom 2001 – Quel avenir pour les Miom ?, Orléans, 16-18 octobre 2001, 146-151.

Perrodin Y., Gobbey A., Grelier-Volatière L., Canivet V., Fruget J.F., Gibert J., Texier C., Cluzeau D., Gros R., Poly F. & Jocteur-Monrozier L., 2002, *Waste ecocompatibility in storage and reuse scenarios : global methodology and detailed presentation of the impact study on the recipient environments*, Waste Management, 22, 215-228.

Pourriot R. & Meybeck M., 1995, *Limnologie générale*, Masson, Paris, 956 pages

Silvestre P. & Rampignon J.-P., 1995, *Valorisation en structure routière du mâchefer d'incinération d'ordures ménagères de l'usine de Lyon-Sud*, Techniques Sciences et Méthodes, 5, 427-430.

Triffault-Bouchet G., Clément B., Perrodin Y., 2003, *Définitions des paramètres hydrauliques et massiques d'un scénario de valorisation de Miom en technique routière et à proximité d'un lac de petite taille – Rapport interne*, LSE-ENTPE, 5.

Wiles C.C., 1996, *Municipal solid waste combustion ash : state-of-the-knowledge*, Journal of Hazardous Materials, 47, 325-344.



NOTE AUX AUTEURS

Déchets, Sciences & Techniques revue francophone d'écologie industrielle publie les résultats de travaux réalisés dans le domaine de l'écologie industrielle, principalement consacrés aux déchets, aux sols pollués et aux impacts environnementaux. Les articles peuvent être proposés par des laboratoires scientifiques ou relater des expériences industrielles. La revue est ainsi le lieu privilégié des échanges entre recherche et expertise.

Les thématiques abordées sont les suivantes :

- 1) Approche bio-physico-chimique du déchet;
- 2) Procédés de traitement des déchets;
- 3) Caractérisation et traitement des sols et sites pollués;
- 4) Évaluation environnementale et management des systèmes et des procédés;
- 5) Écotoxicologie, toxicologie et santé;
- 6) Économie, droit, sociologie, évaluation des politiques publiques;
- 7) Communication, formation.

CONDITIONS GÉNÉRALES DE PUBLICATION

1 - La langue de rédaction est le français. Les articles doivent être accompagnés d'un résumé en français de 100 mots environ, et d'un résumé en anglais plus conséquent (200 mots environ).

2 - Présentation des articles. L'article type comportera environ 5 pages imprimées incluant textes, figures et références sont l'équivalent de 15 000 signes. Les textes originaux doivent être expédiés sur disquette en mentionnant les logiciels utilisés.

3 - L'auteur doit adresser une version papier en 3 exemplaires pour le comité scientifique, comportant tableaux, figures, ou photographies éventuels. Les fichiers de tableaux ou de figures existants doivent être joints sur la disquette avec originaux papier.

L'article doit impérativement comporter les éléments suivants :

- Titre;
- Nom, qualité et coordonnées de l'auteur ou des auteurs;
- Résumés en français et anglais;
- Mots clés;
- Texte principal;
- Références;
- Nomenclatures (symboles et unités).

4 - L'article doit être accompagné d'une note précisant, la ou les thématique(s) souhaitée(s) par l'auteur, selon la répartition de la revue (de 1 à 7).

5 - Les mises au point et revues bibliographiques sont acceptées dans les mêmes conditions que les articles.

6 - La revue est également ouverte :

- aux résumés de thèse;
- aux résumés de mémoires de DEA et DESS;
- aux rapports de stage de Mastère;
- aux informations sur les colloques et séminaires relatifs aux thématiques de la revue.

ENVOI DES ARTICLES

Coordinatrice et contact: Frédérique Dutel - Insa de Lyon - Domaine scientifique de la Doua - Bâtiment Sadi Carnot - LAEPSI, 9 rue de la Physique - 69621 Villeurbanne cedex - Tél: (33) 4 72 43 82 42 - Fax: (33) 4 72 43 87 17 - Mél: fdutel@insa-lyon.fr

Les articles de la revue sont consultables sur le site pro-environnement.com

Rédacteur en chef: Pierre Moszkowicz, Directeur du Laboratoire d'analyse environnementale des procédés et des systèmes industriels (Laepsi) à l'Insa de Lyon.