

# InfoPRO ...



## Des analyses et des tests sur les PRO<sup>1</sup> par des PROFESSIONNELS

En tant qu'agriculteurs, certains d'entre vous croisent parfois des techniciens sur vos parcelles en train de prélever des échantillons de terre ; si vous êtes, au contraire, prestataires d'épandage ou responsables d'une station d'épuration, d'une usine ou d'une plateforme de compostage, vous les rencontrez régulièrement pour le suivi des PRO.

Mais vous vous posez sans doute encore des questions sur le pourquoi et le comment de ces prélèvements et analyses... Alors voici repris en quelques pages les grands principes les concernant.

<sup>1</sup>PRO : Produits Résiduels Organiques

NUMÉRO 6

SPÉCIAL SURVEILLANCE ANALYTIQUE



Tabou(e) story

Décembre 2014

Le retour au sol de PRO d'origines non agricoles compte parmi les plus encadrées de toutes les pratiques d'épandage de matières (fumiers, lisiers, engrais, phytosanitaires...) sur sols agricoles.

Ce suivi rigoureux repose, entre autres, sur une surveillance de la qualité des PRO proposés à l'agriculture, et, dans le cas de la filière sous statut déchet, de la qualité des sols recevant des PRO.

*La réglementation existante est claire, le suivi analytique des PRO et des terres est obligatoire et bien défini, que ce soit en termes de fréquence à appliquer ou en termes d'éléments à analyser.*

*Deux objectifs sont visés : vérifier l'intérêt agronomique des épandages et assurer l'innocuité des pratiques.*

Tout d'abord, les teneurs en éléments fertilisants et amendants des PRO sont mesurées pour identifier leur intérêt agronomique. Ensuite, pour vérifier l'innocuité de ces produits, les concentrations en polluants sont suivies et comparées aux limites réglementaires pour les principaux éléments traces métalliques (ETM) et composés traces organiques (CTO) présents dans les boues, limites plus strictes pour les produits répondant à la norme NF U44-095 (cf. tableau ci-après).



L'intérêt des analyses n'est plus à prouver aujourd'hui. Elles constituent un outil indispensable pour évaluer la faisabilité des épandages de PRO en agriculture et garantir des pratiques d'épandage de qualité. Cependant, elles ont leurs limites : mesurer la quantité d'un élément donné à un instant t.

Pour y parer, le nombre et la saisonnalité des analyses est un moyen. Mais il faut également identifier tous les facteurs susceptibles de modifier les constituants des PRO, et leurs quantités, et réagir en conséquence (suivi renforcé du cuivre en zones viticoles, par exemple).



Dans certains cas, le suivi peut être renforcé ou élargi sur certains paramètres par les acteurs de la filière (par exemple, certains ETM sur des stations où des teneurs élevées ont été identifiées par le passé).

Les composts commercialisés répondant à la norme NF U44-095 (statut produit) doivent répondre, en complément, à des exigences sur les teneurs en inertes et en micro-organismes (cf. tableau ci-après).

De même, certains paramètres sont réglementés et suivis dans les terres des parcelles qui reçoivent les PRO sous statut déchet. La surveillance des paramètres physico-chimiques et agronomiques de celles-ci permet par ailleurs d'adapter les pratiques (types de PRO et doses d'apport).

Enfin, en complément des analyses, pour évaluer la biodisponibilité et les impacts globaux d'un PRO sur les organismes vivants, il est possible d'effectuer des tests agronomiques et éco-toxicologiques.

En conclusion, l'intérêt agronomique des épandages de PRO en agriculture est confirmé par plus de quarante années de recherche scientifique. L'historique de ces épandages ne met pas en évidence de risque sanitaire lorsqu'ils sont menés conformément à la réglementation.

Pour autant, études et recherches doivent être poursuivies et approfondies, notamment sur les substances dites émergentes (cf. rubrique Actualités).

## « Suivi analytique des PRO »

Les boues et effluents sont analysés tout au long de l'année, selon une fréquence imposée par la réglementation en fonction des tonnages épandus ou traités par compostage. De même pour les co-produits utilisés en compostage et le compost lui-même. Ces analyses portent sur les éléments et composés traces (cf. tableau ci-après) et sur la valeur agronomique des PRO. Pour la caractériser sont analysés les taux de Matière Sèche (MS) et Matière Organique (MO), le pH, le C/N, les teneurs en azote, phosphore, potassium, calcium, magnésium et certains oligo-éléments.

A noter que, pour les composts NF U44-095, doivent être mesurés, en plus, l'indice de stabilité et le fractionnement de la matière organique. Enfin, des tests de minéralisation de l'azote et du carbone permettent d'évaluer le comportement des PRO au champ.

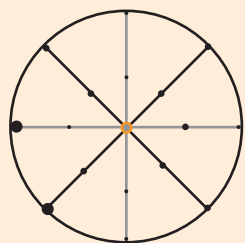
## « Suivi analytique des terres »

Les parcelles sont tout d'abord expertisées à la tarière, afin d'en vérifier l'aptitude à l'épandage. Elles sont regroupées par zone homogène de 20 ha maximum (même type de sol). Une parcelle, dite de référence, y est choisie et analysée pour représenter la zone. On vérifie alors sa conformité aux exigences réglementaires pour le pH et les éléments traces métalliques (cf. tableau ci-après). On renouvelle cette analyse au minimum tous les 10 ans. Lorsqu'une parcelle sort du périmètre d'épandage, une analyse de sol doit être faite après l'ultime épandage. Par ailleurs, tous les ans, des analyses agronomiques sont effectuées en des points dits représentatifs, incluant les points de référence concernés par la campagne d'épandage.

### Les éléments suivis et leurs valeurs seuils réglementaires

Paramètres agronomiques	Boues et composts statut déchet (arrêté 8/01/1998)	Compost statut produit (NF U44-095 Classe A)	Sol (arrêté 8/01/1998)	
	MS, MO, N, P, K, pH, Cao, MgO, C/N	analysés mais aucun seuil	seuils sur certains : MS≥50%, MO/MB≥20%, MO/MS≥30%, MO/Norga<40	
Eléments traces métalliques (ETM) en mg/kg de MS	Arsenic (As)		18	
	Cadmium (Cd)	10	3	2
	Chrome (Cr)	1000	120	150
	Cuivre (Cu)	1000	300	100
	Mercure (Hg)	10	2	1
	Nickel (Ni)	200	60	50
	Plomb (Pb)	800	180	100
	Sélénium (Se)	25 (sur prairie)	12	
	Zinc (Zn)	3000	600	300
Composés traces organiques (CTO) en mg/kg de MS	Cr+Cu+Ni+Zn	4000		
	Total des 7 principaux PCB	0,8	0,8	
	Fluoranthène	5 (4 sur pâturage)	4	
	Benzo(b)fluoranthène	2,5	2,5	
	Benzo(a)pyrène	2 (1.5 sur pâturage)	1,5	

Micro organismes d'intérêt sanitaire	Compost et «boues hygiénisées» statut déchet (arrêtés 2/02/98 et 8/01/98)	Compost statut produit (NF U44-095 Classe A)
	Entérovirus	< 3 NPPUC /10g MS
Salmonelles	< 8 NPP/10 g MS	absence dans 1 g de MB
Helminthes viables	< 3 / 10 g MS	absence dans 1 g de MB
<i>Listeria monocytogenes</i>	/	absence dans 1 g de MB
<i>EscherichiaColi</i>		10 <sup>4</sup> / g MB (10 <sup>3</sup> en maraîchage)
<i>Clostridium</i>		10 <sup>3</sup> / g MB (10 <sup>2</sup> en maraîchage)
Entérocoques		10 <sup>5</sup> / g MB



- Prélèvement unitaire
- Localisation au GPS

### Etapes d'un prélèvement terre représentatif

- 1 Délimiter un cercle de prélèvement de 7,5 m de rayon.
- 2 Prélever à une profondeur de prélèvement de l'ordre de 25 cm sur terre labourable.
- 3 Réaliser un échantillon à partir de 16 prises unitaires (minimum).
- 4 Homogénéiser l'échantillon.
- 5 Conditionner l'échantillon dans le contenant fourni à cet effet par le laboratoire.



### « Méthodologie et intervenants »

La première étape de la surveillance des PRO ou des terres est l'échantillonnage. L'objectif est d'obtenir un échantillon représentatif. Dès lors, la planification et la méthode de prélèvement sont primordiales. C'est pourquoi la réglementation et des normes définissent les méthodes de prélèvement et de conditionnement des échantillons pour garantir leur homogénéité et leur stabilité jusqu'à la prise en charge au laboratoire (cf. ci-dessus). Les prélèvements sont effectués par les prestataires de suivi, les organismes de contrôle ou les laboratoires eux-mêmes.

Par ailleurs, le recours à des laboratoires d'analyses agréés et accrédités (COFRAC) est la seule garantie que le personnel est compétent, que les méthodes sont normalisées et que le matériel est opérationnel (cf. Rubrique Veille).



## Accréditation COFRAC : une marque de confiance

L'accréditation est définie par la norme ISO/CEI 17000 comme une « Attestation délivrée par une tierce partie, ayant rapport à un organisme d'évaluation de la conformité, constituant une reconnaissance formelle de la compétence de ce dernier à réaliser des activités spécifiques d'évaluation de la conformité ». Le recours à l'accréditation est volontaire. Cependant, elle est de plus en plus souvent exigée par les pouvoirs publics comme préalable à un futur agrément pour l'application d'une réglementation nationale ou en vue d'une notification dans le cadre d'une directive européenne.

En France, le décret du 19 décembre 2008 désigne le Comité Français d'Accréditation, créé en 1994, sous le régime de la loi du 1<sup>er</sup> juillet 1901, et mieux connu sous l'acronyme de COFRAC, comme unique instance nationale d'accréditation.

Les laboratoires accrédités le sont pour des types d'analyses précis et peuvent se prévaloir du logo Cofrac. Le texte normatif de référence est la norme NF EN ISO/CEI 17025, relatif à la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais, qui décrit les exigences concernant le Système de Management de la Qualité mais aussi les exigences techniques à mettre en place.

Ces exigences techniques reposent sur 3 *items* essentiels, le personnel, la validation et la traçabilité et se déclinent comme suit :

- **Le personnel** : les techniciens employés devront obligatoirement être habilités, et donc formés pour la réalisation des différentes analyses du laboratoire.

- **La validation** : un laboratoire ne peut être accrédité que pour des paramètres pour lesquels les méthodes ont été dûment validées, et cela se prouve par plusieurs points :

- La validation initiale de la méthode, qui consistera, par exemple, à déterminer la LQ<sup>1</sup> de celle-ci,
- La participation annuelle à des Essais Inter Laboratoires,
- L'analyse d'un Contrôle Qualité lors de chaque série analytique.

- **La traçabilité** : un échantillon analysé passera par différentes étapes, chaque étape devra être identifiée et validée. Toutes les interventions analytiques sont archivées afin de garantir la traçabilité exigée par l'accréditation. Un système de gestion efficace des échantillons, des réactifs et des équipements est primordial.

L'accréditation COFRAC est une marque de confiance, attestant de la compétence et de l'impartialité du laboratoire. Des auditeurs viennent alors le contrôler régulièrement : ils peuvent avoir accès à tous les documents et vérifient aussi bien la compétence du personnel que la qualité du matériel utilisé, mais également le Système de Management de la Qualité en place.

Mais, au-delà, l'organisme d'accréditation devant lui-même être irréprochable et insoupçonnable, une commission d'audit interne au Cofrac est chargée d'évaluer régulièrement le bon fonctionnement de l'accréditation et le respect des exigences applicables aux organismes d'accréditation, telles que présentées dans la norme ISO/CEI 17011.

A savoir l'indépendance, l'impartialité, la transparence et la compétence.

<sup>1</sup> LQ : Limite de Quantification, ou concentration la plus basse mesurable par les instruments d'analyse avec une fiabilité satisfaisante.

(propos et photo : Maud GROSHENY,  
Responsable laboratoire à la Colmarienne des eaux)

## L' INERIS et le CNRS évaluent les risques liés à la présence de substances émergentes dans les boues valorisées en agriculture.

Si les ETM et les principaux CTO sont bien encadrés dans les PRO valorisés en agriculture, on s'interroge aujourd'hui sur la présence de substances dites émergentes dans les boues et les risques sanitaires et environnementaux liés à leur épandage. Une convention a été signée, en juin 2011, entre l'ADEME, le SYPREA, la FP2E<sup>1</sup>, le SIAAP<sup>2</sup>, le CNRS et l'INERIS, portant sur la réalisation d'une étude, afin de caractériser ces substances dans les boues urbaines et les composts de boues. Cette caractérisation a été abordée sous 3 angles : la quantification analytique, l'impact écotoxicologique des épandages et le risque sanitaire des filières d'épandage correspondantes. Une première étape a consisté à sélectionner les substances à étudier, au moyen d'une étude bibliographique, complétée par une démarche de hiérarchisation et la réalisation de recherches, sur une trentaine de stations, pour vérifier les substances réellement présentes dans les boues. Ainsi, 113 substances ont été retenues (HAP<sup>3</sup>, Phénols, etc.), dont trente trois substances pharmaceutiques (antibiotiques, hormones, antifongiques...). 4 campagnes de prélèvements sur 12 stations différentes ont ensuite été réalisées. Parallèlement, la réalisation de tests d'écotoxicité, avec 4 types de boues différentes, et d'essais spécifiques aux perturbateurs endocriniens complètent l'évaluation.

Au cours de la deuxième étape, des prélèvements ont été entrepris en 2013, sur des parcelles épandues en 2012. Des prélèvements de terre au démarrage de la végétation et des prélèvements de végétaux lors des récoltes ont ainsi été effectués sur 12 sites, pour 3 cultures, à raison de 4 parcelles par culture. Le dispositif a été complété par des essais en phytotron sur blé (3 boues différentes testées). Ceci afin de déterminer, en conditions contrôlées, les transferts de substances vers les végétaux et leur taux de dégradation dans le sol.

Enfin, une quantification des risques sanitaires a été menée sur la base de la méthodologie d'évaluation développée par l'INERIS en 2007.

La restitution finale de l'étude s'est déroulée le 30 juin dernier devant un centaine d'experts. Le rapport final sera publié d'ici la fin de l'année et les conclusions seront consultables sur le site internet du SMRA68 : [www.smra68.net](http://www.smra68.net).

<sup>1</sup>FP2E : Fédération Professionnelle des Entreprises de l'Eau

<sup>2</sup>SIAAP : Syndicat Interdépartemental pour l'Assainissement de l'Agglomération Parisienne

<sup>3</sup>HAP : Hydrocarbures aromatiques polycycliques

<sup>4</sup>Pour en savoir plus : <http://www.ineris.fr/propos-de-lineris/qui-sommes-nous/actualit%C3%A9s/publication/120497>



*InfoPRO est votre bulletin d'information.*

Pour plus de précisions, vous pouvez contacter le Syndicat Mixte Recyclage Agricole  
Bâtiment Europe - 2 allée de Herrlisheim - 68 000 Colmar

Tél. : 03 89 22 95 70 - Fax : 03 89 22 95 77 - Email : [secretariat@smra68.net](mailto:secretariat@smra68.net) - Site web : [www.smra68.net](http://www.smra68.net)