

MÉTHODES OFFICIELLES POUR L'ANALYSE DES BOUES D'ÉPURATION: PANORAMA ET ANALYSE COMPARÉE DES METHODES

Action I-A-02 : amélioration des méthodes
d'analyses chimiques

M.P. Strub
Juillet 2014

Programme scientifique et technique
Année 2012

Contexte de programmation et de réalisation

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2012.

Auteur (s) :

Marie-Pierre Strub
INERIS
Marie-pierre.strub@ineris.fr

Vérification du document :

Marina Coquery
Irstea
Marina.coquery@irstea.fr

Les correspondants

Onema : Céline LACOUR, celine.lacour@onema.fr
Pierre-François STAUB, pierre-francois.staub@onema.fr

Référence du document : Marie-Pierre Strub - Méthodes officielles pour l'analyse des boues d'épuration - Rapport AQUAREF 2012 - 69 p.

Droits d'usage :	Accès libre
Couverture géographique :	International
Niveau géographique :	
Niveau de lecture :	Professionnels, experts
Nature de la ressource :	Document

1. CONTEXTE	13
2. GLOSSAIRE.....	15
3. SOURCES ET MÉTHODOLOGIE	17
3.1 Méthodes normalisées.....	17
3.2 Autres sources.....	18
3.3 Méthodologie	20
4. ANALYSE COMPARÉE	21
4.1 Critères "statut de produit"	22
4.2 Assurance Qualité.....	23
4.3 Echantillonnage	25
4.4 Paramètre physiques	37
4.5 Lixiviation.....	42
4.6 Analyse chimique : analyse élémentaire	45
4.7 Analyse chimiques (Micropolluants organiques)	58
5. CONCLUSION.....	69

Les boues d'épuration des eaux usées urbaines résultent de l'épuration des eaux usées domestiques et industrielles non dangereuses, avant leur retour au milieu dans des conditions préservant la qualité des eaux environnementales.

De par la composition des eaux avant épuration, les boues qui résultent du processus contiennent des éléments présentant une valeur agronomique qui justifient l'utilisation de celles-ci en tant que matières fertilisantes, ou des éléments susceptibles de constituer un apport combustible dans les unités de génération ou de cogénération de thermies.

Néanmoins, en raison de l'origine des apports dans les réseaux de collecte d'eaux usées, les boues sont également susceptibles de contenir des substances incompatibles avec les usages agricoles.

Les discussions au sein de l'UE visant à l'établissement de critères déterminant à partir de quel moment les déchets biodégradables, dont on peut rapprocher les boues, peuvent devenir des matières premières ou des déchets non valorisables sont actuellement appuyées par des travaux du JRC. À terme, la vérification de la satisfaction des critères de sortie du statut de déchets nécessitera une caractérisation physico-chimique des boues.

Pour ce faire, le CEN a publié des méthodes dédiées au contrôle de la teneur en polluants réglementés (métaux, HAP, PCB), à la mesure de polluants non réglementés pour les boues mais réglementées pour les eaux (par exemple phtalates et nonylphénols) ainsi qu'au comportement vis-à-vis de la lixiviation.

En lien avec la révision en cours de la directive n° 86-278, le Bureau de la Lutte contre les Pollution domestiques et Industrielles du MEDDE a souhaité disposer d'un panorama des méthodes officielles susceptibles de répondre à une réglementation élargie. C'est pourquoi AQUAREF a passé en revue, pour le présent document, les sources habituelles des méthodes officielles, collections de documents normatifs français, européens et internationaux, mais aussi méthodes développées dans le cadre de programmes de surveillance à grande échelle (US-EPA). L'INERIS a ensuite compilé et mené une analyse comparée des méthodes identifiées par familles de paramètres mesurés, en portant une attention particulière à l'existence de données de performances et de validation pour la matrice boues.

Le présent document propose également une évaluation des utilisations potentielles de ces méthodes dans le cadre d'une surveillance de la composition des boues.

Mots clés (thématique et géographique) : Boues, épuration, méthodes d'analyse, caractérisation, normes, NF, EN, ISO, EPA

ABSTRACTS

The urban sewage sludge is one output of the treatment of domestic and industrial non-hazardous wastewater before returning water to medium under conditions preserving the quality of environmental waters.

By the composition of the water before treatment , sludge resulting from the process contain elements having an agronomic value that justify the use thereof as fertilizer materials or elements that may constitute a contribution to fuel units generation or cogeneration megacals. However, because of the origin of inputs in wastewater collection networks sludge are also likely to contain materials incompatible with agricultural uses. Discussions within the EU to establish criteria for determining at what point a biowaste, which one can bring closer sludge, can become either a raw materials or a non-recyclable waste is currently supported by the work of the JRC. In the long term, the checking of the satisfaction criteria of end-of-waste status requires physico-chemical characterization of sludge. With this intention, CEN published methods dedicated to the control of the content of regulated pollutants (metals, PAHs, PCBs), to the extent unregulated pollutants for sludge but regulated for water (e.g. phthalates and nonylphénols), as well as with behaviour with respect to leaching.

In connection with the ongoing review of Directive No. 86-278, the Bureau de la Lutte contre les Pollution domestiques et Industrielles in French Ministry in charge of environment wanted to have an overview of official methods likely to respond to a broader regulation. INERIS reviewed the usual sources of official methods, French, European and international Standard methods collections, but also methods developed in the context of large scale monitoring programs (US-EPA). INERIS compiled the identified methods by types of measured parameters, paying a detailed attention to the availability of performance and validation data for the sludge matrix.

An assessment of the potential use of these methods in the context of monitoring the composition of the sludge is proposed if relevant.

Key words (thematic and geographical area): Sludge, waste water treatment, analytical methods, characterization, standard method, NF, IN, ISO, EPA

PRÉAMBULE

Le présent rapport a été établi sur la base des informations fournies à l'INERIS, des données (scientifiques ou techniques) disponibles et objectives et de la réglementation en vigueur.

La responsabilité de l'INERIS ne pourra être engagée si les informations qui lui ont été communiquées sont incomplètes ou erronées.

Les avis, recommandations, préconisations ou équivalents qui seraient portés par l'INERIS dans le cadre des prestations qui lui sont confiées, peuvent aider à la prise de décision. Etant donné la mission qui incombe à l'INERIS de par son décret de création, l'INERIS n'intervient pas dans la prise de décision proprement dite. La responsabilité de l'INERIS ne peut donc se substituer à celle du décideur.

Le destinataire utilisera les résultats inclus dans le présent rapport intégralement ou sinon de manière objective. Son utilisation sous forme d'extraits ou de notes de synthèse sera faite sous la seule et entière responsabilité du destinataire. Il en est de même pour toute modification qui y serait apportée.

L'INERIS dégage toute responsabilité pour chaque utilisation du rapport en dehors de la destination de la prestation.

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	Marie-Pierre STRUB	Nicolas ALSAC	
Qualité	Ingénieur au Pôle « Caractérisation de l'Environnement » Direction des Risques Chroniques	Responsable de Pôle « Caractérisation de l'Environnement » Direction des Risques Chroniques	
Visa			

1. CONTEXTE

La gestion des boues d'épuration est une problématique aux multiples facettes : sous-produits inévitable d'un processus industriel dans tous les cas, les boues peuvent, en fonction de leurs caractéristiques, devenir matières valorisables ou au contraire déchets à éliminer dans des conditions contrôlées.

Elles occupent une place importante dans les discussions actuelles visant à l'établissement de critères déterminant à partir de quel moment un déchet cesse de l'être tels que prévus dans la législation-cadre de l'Union Européenne (UE) en matière de déchets (directive 2008/98/CE).

En effet, après la définition d'une méthodologie pour établir ces critères, le JRC, qui a la charge de la définition de cette méthodologie, l'a appliquée aux copeaux de fer, acier et aluminium pour lesquels il a défini les critères permettant à ceux-ci de ne plus être considérés comme des déchets.

Les catégories de déchets à examiner maintenant comprennent les copeaux de cuivre, le papier recyclé, le calcin de verre, et le JRC continue ses investigations sur les plastiques, les déchets biodégradables et les composts. Les boues peuvent être rapprochées de ces deux dernières catégories, et devenir, après l'application des critères en cours d'élaboration, des matières premières ou des déchets non valorisables.

Les boues d'épuration des eaux usées urbaines résultent de l'épuration des eaux usées domestiques et industrielles non dangereuses, avant le retour au milieu des eaux dans des conditions préservant la qualité des eaux environnementales.

De par la composition des eaux avant épuration, les boues qui résultent du processus contiennent des éléments présentant une valeur agronomique qui justifie l'utilisation de celles-ci en tant que matières fertilisantes, ou

des éléments susceptibles de constituer un apport combustible dans les unités de génération ou de cogénération de thermies.

Néanmoins, en raison de l'origine des apports dans les réseaux de collecte d'eaux usées, les boues sont également susceptibles de contenir des substances incompatibles avec les usages agricoles.

C'est pourquoi l'Union Européenne a publié la Directive n° 86-278 du 12/06/86 relative à la protection de l'environnement et notamment des sols, lors de l'utilisation des boues d'épuration en agriculture. Cette Directive, bien qu'en révision et en interaction avec la directive 2008/98/CE, est toujours en application à ce jour, ce qui implique le contrôle de ses exigences avant l'épandage.

Ce contrôle serait remplacé à terme par la vérification de la satisfaction des critères de sortie du statut de déchets.

Pour ce faire, le CEN a publié des méthodes dédiées au contrôle de la teneur en polluants réglementés (métaux, HAP, PCB), ainsi qu'au comportement vis-à-vis de la lixiviation.

Dans le contexte de la révision en cours de la directive n° 86-278, les scénarios le plus récents disponibles¹ proposaient de compléter la liste des polluants réglementaires par certaines substances issues des proposition suivantes : paraffines chlorées, retardateurs de flamme, par exemple polybromo diphenyl éthers, plastifiants tels que les phtalates, produits de protection des récoltes tels que les pesticides, détergents et tensi- actifs (par exemple alkyl sulfonates à chaînes linéaires, ethoxylats de nonylphénol, dérivés perfluorés), résidus de médicaments et produits d'hygiène corporelle tels que les antibiotiques, les hormones, ou le triclosan.

D'autres études, menées aux Etats unis², font également état de la présence avérée de composés émergents dans les boues.

Le Bureau de la Lutte contre les Pollution domestiques et Industrielles du MEDDE a donc souhaité disposer d'un panorama des méthodes officielles susceptibles de répondre à une réglementation élargie. C'est pourquoi l'INERIS a inventorié ces méthodes, dans le présent document, suivant la méthodologie décrite au chapitre 3.

¹ Environmental, economic and social impacts of the use of sewage sludge on land - Draft Summary Report 2 - Baseline Scenario, Analysis of Risk and Opportunities - Service contract No 070307/2008/517358/ETU/G4

http://www.developpement-durable.gouv.fr/IMG/pdf/Summary_Report_2_-_sewage_sludge_-_baseline_scenario-2.pdf

² Targeted National Sewage Sludge Survey (USA)

2. GLOSSAIRE

AAS (ou SAA)	: Spectrométrie d'absorption atomique,
Afnor	: Association française pour la normalisation,
ANSI	: American National Standards Institute,
ASTM	: American Society for Testing and Materials,
BN	: Bureau de Normalisation,
BNAM	: Bureau de Normalisation des Amendements organiques et Minéraux (ancienne appellation du BN FERTI),
BN FERTI	: Bureau de Normalisation des matières FERTIisantes Cf. ci-dessus,
BS(I)	: British Standard (isation Institute),
CEN	: Comité Européen de Normalisation,
CN	: Commission de normalisation,
CWA	: Clean Water Act,
DEHP	: Di-éthyl-hexyl phtalate,
DIN	: Deutsche Institut für Normung,
FD	: Fascicule documentaire (statut normatif dégradé),
HAP	: Hydrocarbure aromatique polycyclique,
ICP	: Plasma induit (en couplage avec un détecteur pour l'analyse des métaux),
ISO	: International Standardization Organization,
MES	: Matières en suspension,
NEN	: Nederlands Normalisatie-Institut,
NF	: Norme Française,
NPDSE	: Système national de gestion et d'élimination des rejets (USA),
OES	: Spectrométrie d'émission atomique,
OMS	: Organisation Mondiale de la Santé,
PBDE	: Ether diphenylique polybromé,
PCB	: Polychlorobiphényle,
PFOS	: Acide ou anion perfluoro octane sulfonique,
SC	: Sub-committee,
STEU	: Station de traitement des eaux usées,
SW(O)	: US Solid Wastes (Office),
TC	: Technical committee,
TNSSS	: Targeted National Sewage Sludge Survey (USA),
TR	: Technical Report (rapport technique, equiv. FD),
TS	: Technical Specification (spécification technique, equiv. XP),
US-EPA ou EPA	: United States Environmental Protection Agency,
WPD	: Water protection Division (de l'US EPA),
WG	: Groupe de travail,
XP	: Norme expérimentale française.

3. SOURCES ET MÉTHODOLOGIE

3.1 MÉTHODES NORMALISÉES

L'identification des méthodes officielles dédiées à l'analyse des boues a été menée en interrogeant les bases de données normatives, et en premier lieu la base du Comité Européen de Normalisation (CEN), car elle constitue un compendium des méthodes développées par le CEN/TC 308 "caractérisation des boues" en réponse à la directive 86-276/CE.

Le CEN/TC 308 a pour mission le développement de méthodes de caractérisation, la catégorisation, la préparation, le traitement et la gestion des boues et des produits provenant des systèmes de collecte des eaux usées urbaines, matières de vidange, du dragage des cours d'eau, de la production de biogaz (digestats), la collecte des eaux pluviales, du traitement de potabilisation de l'eau, des usines de traitement des eaux usées pour les eaux industrielles urbaines et assimilées (tel que défini dans la directive 91/271/EEC11) mais à l'exclusion des boues dangereuses de l'industrie.

En complément des 13 guides de bonnes pratiques pour la gestion et le réemploi des boues, ce comité a produit 13 normes de caractérisation (comportement physique, composition chimique et microbiologie) et adopté 4 normes internationales développées par des comités ISO sur des matrices connexes, car il n'y avait jusqu'à 2013 pas de comité ISO consacré aux boues.

En ce qui concerne les méthodes de mesure, les aspects suivants sont traités: les méthodes d'échantillonnage, les analyses des paramètres microbiologiques, physiques et chimiques, la préparation des boues, le comportement physique des boues, tous nécessaires à la caractérisation des boues, en vue de faciliter les décisions sur le choix des procédures de traitement et de l'utilisation et de l'élimination des boues.

Le groupe miroir français P16P, créé en 1993, a développé les normes indispensables à l'harmonisation des pratiques nationales, en réponse aux besoins réglementaires quand nécessaire, et a participé de manière continue aux travaux du CEN/TC 308 depuis sa création en 1993, à ceux du CEN/TC 400 "méthodes horizontales".

Le CEN/TC 400 est un comité projet institué en 2009 à durée limitée pour accueillir les produits de sortie du programme européen au 6^{ème} PCRD "HORIZONTAL", dont l'objectif était d'harmoniser les méthodes d'analyse physico-chimiques et microbiologiques des sols et bio-solides (boues et bio-déchets traités) afin de permettre une caractérisation unique en réponse aux réglementations européennes relatives aux 3 matrices. Ce projet ainsi que la reprise normative subséquente ont également permis de faire l'inventaire des textes publiés par le comité "déchets" (**CEN/TC 292**), la plupart du temps sans collaboration d'experts du domaine des boues, et d'en mener la revue technique.

Au niveau français, la base Afnor permet d'accéder également aux méthodes élaborées par des bureaux de normalisation, tels que **le BN FERTI** (fertilisants), qui développent des méthodes dans le cadre de fédérations professionnelles, avec une composante "produit".

Les bases de données des organismes de normalisation allemand, britannique et néerlandais ont également été interrogées, afin d'inclure dans ce panorama des méthodes publiées ou en cours de développement chez nos voisins européens.

Aucune norme spécifique au Royaume-Uni n'a été identifiée dans les collections du BSI.

Les normes DIN ne sont citées que dans la mesure où il n'existe aucune norme européenne susceptible de les remplacer sur le même sujet.

En particulier, l'organisation spécifique de la normalisation du cycle de l'eau en Allemagne peut laisser à penser qu'il existe de nombreuses normes DIN spécifiques pour l'analyse des boues. Il n'en est rien, et l'Allemagne adopte les normes européennes, comme elle en a l'obligation, d'autant plus facilement qu'il s'agit souvent de normes DIN proposée aux états membres et acceptées par eux.

Lorsqu'une norme DIN n'est pas la reprise d'une norme supra-nationale, la plate forme informatisée d'accès ne propose malheureusement que très rarement l'analyse ou la table des matières du document, et il n'est pas possible d'en connaître plus que le titre.

Au niveau supra-européen, l'absence de comité de normalisation ISO dédié aux boues rend l'identification des méthodes normalisées par l'ISO applicables à cette matrice plus fastidieuse, car les boues sont traitées par d'autres comités en tant que matrice connexe à l'eau (matières en suspension, ISO/TC 147) ou aux sols (ISO/TC 190).

Enfin, aux **Etats-Unis**, l'American National Standards Institute (ANSI) coordonne le développement de normes consensuelles d'application volontaire aux USA mais ne rédige aucune norme par lui-même; il accrédite les normalisateurs qui établissent un consensus au sein de groupes qualifiés, parmi lesquels les groupes prépondérants pour l'environnement sont l'ISO, le CEN, le DIN, le BSI et l'Afnor, suivis de très loin par l'ASTM (American Society for Testing and Materials) dont l'activité vis-à-vis de l'environnement s'attache principalement aux technologies de remédiation.

Les normes ISO, EN, BS, DIN connues en Europe, et quelques normes ASTM ont donc été identifiées dans les collections de l'ANSI.

3.2 AUTRES SOURCES

Le principal pourvoyeur de méthodes applicables pour la protection de l'environnement et la caractérisation des matrices concernées aux Etats-Unis est l'US-EPA (Unites States Environmental Protection Agency), dont les méthodes font autorité et soutiennent les programmes nationaux de surveillance de l'environnement, en application de la réglementation pour l'élimination et le réemploi des boues d'épuration. Les prescriptions, telles que rassemblées dans la section 40 de la partie 503 du code des règlements fédéraux établissent des valeurs réglementaires, des procédures de gestion, et des méthodes d'essai en vue de protéger la santé publique et l'environnement contre des effets nuisibles des polluants chimiques et microbiologiques en boue d'épuration. Les boues d'épuration y sont désignées indifféremment sous cette appellation ou sous l'appellation "biosolides".

D'une manière similaire aux directives européennes, ces dispositions s'appliquent sur tout le territoire des Etats-Unis, mais peuvent être renforcées par chaque état. Ces directives sont également en relation avec le Système national de gestion et d'élimination des rejets (NPDSE), géré par le bureau l'eau (WPD)) au sein de l'US Environmental Protection Agency, et déployé en partenariat avec les bureaux régionaux, les États, les autorités tribales et les autres parties prenantes.

L'EPA a conduit quatre enquêtes aux fins d'identifier les contaminants des boues d'épuration :

- En 1982, une l'étude sur 40 villes pour développer l'information sur le devenir et des effets des polluants prioritaires provenant des usines de traitement des eaux résiduaires et, obtenir des évaluations des concentrations en polluants des boues d'épuration ;
- En 1988, une enquête nationale sur les boues d'épuration concernant les pratiques en matière de réemploi ou d'élimination des boues, avec la bancarisation des concentration de plus de 400 polluants dans les boues d'épuration à travers le pays. Cette information a conduit à l'élaboration du règlement 503 ;
- En 2001, une évaluation nationale pour la mise à jour des données relatives aux dioxines et composés apparentés sous l'angle de leur accumulation potentielle dans les sols qui a permis de déterminer des valeurs limite pour l'épandage.
- En 2008, le " Targeted National Sewage Sludge Survey " (TNSSS) pour la mise à jour des valeurs précédentes et l'acquisition de données sur des polluants émergents, parmi lesquels 24 métaux, 2 HAP, le DEHP, les PBDEs, le PFOS et une sélection de 97 substances à visée pharmaceutiques comprenant des hormones et des stéroïdes.

Les **méthodes EPA les plus récentes** ont été publiées dans le contexte de cette dernière étude, menée sur un échantillon de 84 STEU représentatives parmi le 3 337 relevant du Clean Water Act (CWA). L'EPA souligne le défi représenté par les composés émergents, tant du point de vue de la préparation de l'échantillon que de la mise en œuvre de matériels d'analyse de plus en plus sophistiqués et coûteux.

Cette étude a cependant permis de valider les méthodes pour tous les composés entrant dans le champ d'investigation, à l'exception des composés pharmaceutiques pour lesquels une exploitation plus poussée est en cours.

Les premières interprétations montrent la présence de :

- 4 anions (fluorure, orthophosphates lixiviables, nitrate, nitrite) dans chaque échantillon ;
- 27 métaux dans pratiquement tous les échantillons, dont l'antimoine dans pas moins de 72 échantillons ;
- 6 substances organiques semi-volatiles dont les 4 HAP, dans au moins 72 échantillons, le DEHP dans 63 échantillons et la 4-Chloroaniline dans 39.
- tous les retardeurs de flamme (sauf le BDE-138) ont été systématiquement retrouvés dans tous les échantillons ; le BDE-138 a été identifié dans 54 échantillons sur 84.
- 3 des 72 pharmaceutiques (c.-à-d., cyprofloxacin, diphénhydramine, et triclocarban) ont été trouvés dans les 84 échantillons et 9 ont été trouvés dans au moins 80 échantillons.

Néanmoins, 15 principes actifs pharmaceutiques n'ont été trouvés dans aucun échantillon et 29 ont été trouvés dans moins de trois échantillons.

Parmi les 25 stéroïdes et hormones recherchés :

- 3 stéroïdes (campestérol, cholestanol, et coprostanol) ont été trouvés dans les 84 échantillons ;
- 6 stéroïdes ont été trouvés dans au moins 80 échantillons ;
- 1 hormone, l'éthynyl 17 α -estradiol, n'a été retrouvée dans aucun échantillon et 5 autres hormones ont été trouvées dans moins de 6 échantillons.

L'EPA utilise depuis 2010 les résultats des études statistiques sur ces données, en combinaison avec des données de toxicité, pour prioriser ces polluants en vue de leur inclusion dans les listes de polluants nationaux, et conduire des évaluations d'exposition et de risque pour ces polluants si les données suffisantes sont disponibles.

3.3 MÉTHODOLOGIE

Nous nous limiterons dans la suite de ce rapport aux méthodes de caractérisation physico-chimique des boues : les méthodes d'analyse microbiologiques ou de caractérisation du comportement rhéologique (résistance à la filtration, par exemple) ne sont pas prises en compte. Un échantillonnage représentatif étant un pré-requis à la réalisation d'une analyse fiable, les méthodes d'échantillonnage seront également considérées.

Les méthodes officielles (normes internationales, européennes, française, ASTM et méthodes EPA) identifiées comme applicables à l'analyse des boues sont rassemblées ci-après dans des tableaux indiquant :

- La référence de la norme, sa date de publication ainsi que l'organisme producteur (commission de normalisation (CN) ou organisme institutionnel) ;
- Le titre de la méthode ;
- Les paramètres visés ;
- Le principe de la méthode d'analyse ;
- La revendication des boues dans le domaine d'application ;
- L'existence de données de performances et de validation pour la matrice boues ;
- Les utilisations potentielles des méthodes dans le cadre d'une surveillance de la composition des boues.

4. **ANALYSE COMPARÉE**

Pour une meilleure lisibilité, les tableaux ont été organisés par thèmes :

- 1) Critères "statut de produit",
- 2) Assurance qualité,
- 3) Echantillonnage,
- 4) Caractéristiques physiques,
- 5) Lixiviation,
- 6) Analyse chimique (métaux et anions),
- 7) Analyse chimique (micropolluants organiques).

Cette structuration peut conduire à quelques redites, en particulier pour l'échantillonnage, activité pour laquelle les différents producteurs de méthodes ont adopté des regroupements de thématiques (plans, techniques d'échantillonnage, conditionnement et conservation) différents en favorisant soit les documents modulaires ne couvrant qu'un seul thème, soit des documents plus complets en intégrant plusieurs.

4.1 CRITÈRES "STATUT DE PRODUIT"

Bien que les boues ne bénéficient pas actuellement du statut de produit, elles peuvent être transformées, par compostage notamment, en amendements qui eux sont des produits au sens réglementaire.

Le BNAM gère une norme transcrivant les valeurs réglementaires de concentration maximale pour les polluants réglementés autorisant une utilisation agricole.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Validée pour les boues ?	Utilisation
NF U44-095 (05-2002) BNAM (CN française amendements et supports de culture)	Amendements organiques - Composts contenant des matières d'intérêt agronomique, issues du traitement des eaux	Critères d'innocuité à l'usage , évaluée au travers de la présence de : métaux lourds (As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn), 3 HAP , 7 PCBs indicateurs de l'OMS	Boues compostées uniquement : Compost contenant des matières d'intérêt agronomique, issues du traitement des eaux.	Sans objet : il s'agit d'une transcription de valeurs réglementaires	Dans le cadre des articles L. 255-1 à L. 255-11 du Code rural ainsi que leurs décrets et arrêtés d'application, et de l'arrêté du 8 décembre 1982 — JO du 6 janvier 1983 — relatif aux modalités techniques du contrôle officiel et aux vérifications auxquelles le responsable de la mise sur le marché doit procéder.

La transcription de valeurs réglementaires dans un texte normatif, et réciproquement, est toujours porteuse d'un risque de distorsion de l'information quand les révisions des deux textes ne sont pas parfaitement concomitantes.

4.2 ASSURANCE QUALITÉ

La fiabilité des résultats de mesure nécessite leur obtention dans un cadre métrologique partagé et traçable. Les prescriptions d'assurance qualité y contribuent.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
FD CEN/TR 15252 (07-2006) CEN/TC308 "boues"	Caractérisation des boues - Protocole de validation des méthodes de détermination des propriétés physiques des boues	validation des méthodes de caractérisation des propriétés physiques des boues	Oui	Sans objet (norme d'organisation)	Validation des méthodes normalisées
FD CEN/TR 15175 (04-2006) CEN/TC308 "boues"	Caractérisation des boues - Protocole d'exécution d'essais interlaboratoires portant sur des méthodes d'analyses chimiques et microbiologiques des boues	essais interlaboratoires réalisés pour valider les méthodes chimiques et microbiologiques relatives aux boues	Oui	Sans objet (norme d'organisation)	Validation des méthodes normalisées
NEN 6603 (2010)	Cartes de contrôle statistique. laboratoires de protection de l'environnement et d'analyse alimentaires	Techniques statistiques pour l'analyse microbiologique et chimique dans toutes sortes de matrice : aliments, fourrage et tous milieux environnementaux	Oui	Non	En support à l'application de la norme ISO 17025 (accréditation)
EPA 305-X-04-001 (2004 révisé en 2006) ³ EPA	National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES) Compliance Inspection Manual	Guide à destination des inspecteurs des installations de traitement des eaux usées , couvrant aussi bien les conditions de l'inspection que les critères d'assurance qualité et techniques pour la surveillance en continu desdites installations. Le chapitre 10 traite spécifiquement des boues, en s'appuyant largement sur le Public Owned Treatment Works : Sludge Sampling And Analysis Guidance Document (EPA 833-B-89-100 (1989)), cité plus loin.	Oui	Non Les notions de performance de méthodes ou d'incertitude de mesure sont renvoyées vers les plans d'assurance qualité des entités en charge des échantillonnages et mesures.	Contrôles réglementaires dans le cadre du Clean Water Act

³ <http://www.epa.gov/compliance/resources/publications/monitoring/cwa/inspections/npdesinspect/npdesinspect.pdf>
Réf. : DRC-13-136908-10525A

Le fascicule documentaire FD CEN/TR 15175 fait pour partie double emploi avec la norme NF EN ISO 17043, publiée 4 ans plus tard. L'originalité de ce rapport technique réside dans la présence de recommandations spécifiques au domaine des boues concernant la préparation d'un matériau d'essai par dopage, la vérification de son homogénéité, l'organisation du transport (recommandations beaucoup plus précises dans FD CEN/TR 15175), et les obligations des participants.

Lors de sa prochaine révision (dont l'opportunité aurait dû être examinée en 2011), il serait avantageux de le "nettoyer" des parties redondantes avec NF EN ISO 17043 afin d'élargir son domaine d'application aux essais d'aptitudes sur la matrice boues, qui sont pour l'instant peu nombreux et assez disparates.

Le fascicule documentaire FD CEN/TR 15252 s'applique aux boues et aux suspensions de boues provenant : de la collecte des eaux pluviales, des systèmes de collecte des eaux usées urbaines, des stations de traitement des eaux usées urbaines, des stations de traitement des eaux industrielles assimilées (telles que définies par la Directive 91/271/CEE), des usines de production d'eau potable, ainsi qu'aux suspensions de boues ayant une autre origine. La justification de l'élaboration de ce texte résidait lors de sa publication dans l'absence de prescriptions du CEN concernant la validation des protocoles normalisés, conduisant en particulier à l'absence de données de performances permettant à un utilisateur de vérifier l'adéquation des performances accessibles par la mise en œuvre d'une méthode normalisée avec le besoin du client. Le fascicule documentaire FD CEN/TR 15252 s'appuie sur le fascicule documentaire FD CEN/TR 15175 pour la mise en œuvre des essais interlaboratoires comportant la circulation de matériaux d'essais stables, mais prévoit également que cette option ne soit pas possible, et soit alors remplacée par le transport des équipes techniques concernées sur un site où le matériau d'essai est facilement disponible. Le CEN/TC308 organise régulièrement de tels essais, pour toutes les méthodes de caractérisation des protocoles de floculation et filtration des boues.

Lors de sa prochaine révision (dont l'opportunité aurait dû être examinée en 2011), il serait avantageux de le confronter avec le guide CEN 13 "validation de méthodes normalisées", publié en 2008, afin d'envisager le renforcement du Guide CEN 13 et le remplacement de ce rapport technique par un document de portée transversale. Ceci nécessitera toutefois l'évolution du statut du guide CEN 13 vers un statut normatif, car les guides du CEN, diffusés gratuitement, ne sont pas accessibles via l'application SAGA.

Aux Etats-Unis, l'EPA a publié en 2004 et révisé en 2006 un guide à destination des inspecteurs des installations de traitement des eaux usées (EPA 305-X-04-001), couvrant aussi bien les conditions de l'inspection que les critères d'assurance qualité, en particulier applicable aux analyses, au regard desquels la conformité du fonctionnement des installations sera évaluée, et les valeurs réglementaires pour la surveillance en continu desdites installations. C'est un document autoporteur dont l'ampleur est justifiée par la structure fédérale qui autorise des sources réglementaires et normatives multiples.

4.3 ECHANTILLONNAGE

Conception des plans d'échantillonnage

Comme souligné précédemment, l'opération d'échantillonnage conditionne la qualité des résultats d'analyse. Les boues étant un milieu anisotrope, la conception du plan d'échantillonnage revêt autant d'importance que la réalisation d'opérations de prélèvement

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
FD CEN/TR 15310-1 (11-2006) CEN TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets — Prélèvement des déchets — Partie 1 : Guide relatif au choix et à l'application des critères d'échantillonnage dans diverses conditions	Méthode décrivant les principes statistiques pour l'échantillonnage de déchets et proposant un certain nombre d'outils statistiques aidant à la conception de programmes d'essai, destinés à être appliqués à un échantillonnage dans diverses conditions, sous forme de scénarios impliquant souvent les boues.	Boues non épandables bénéficiant du statut de déchet.	Sans objet (norme d'organisation)	Application de EN 14899 Caractérisation des déchets — Prélèvement des déchets — Procédure-cadre pour l'élaboration et la mise en œuvre d'un plan d'échantillonnage
NF EN ISO 5667-1 (03-2007) ISOTC/147/ SC6 "qualité de l'eau-techniques de prélèvement"	Échantillonnage Partie 1 : Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage	Principes généraux et les lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage, en tenant compte de tous les aspects relatifs à l'échantillonnage des eaux (y compris des eaux résiduaires, des boues, des effluents et des dépôts de fond)	oui	Sans objet (norme d'organisation)	Aucune valeur ajoutée technique : se borne à des renvois à ISO 5667-13, dans laquelle les aspects spécifiques sont traités.
NF EN ISO 5667-13 (07-2011) CEN/TC308 "boues conjointement avec ISOTC/147/ SC6 "qualité de l'eau-techniques de prélèvement"	Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 13 : lignes directrices pour l'échantillonnage de boues	Echantillonnage de boues provenant d'installations de traitement des eaux usées, de stations de traitement de l'eau et de procédés industriels, ainsi que des boues de fosses septiques. Cette norme concerne tous types de boues provenant de ces installations et aussi les boues présentant des caractéristiques semblables, par exemple les matières de vidange.	oui	Non. Il s'agit de recommandations basées sur la consolidation d'informations issues d'autres normes et de références bibliographiques	Conception de programmes d'échantillonnage et sélection de techniques d'échantillonnage pour le prélèvement. Une des références ayant inspiré NF EN 16179 LA référence en matière d'échantillonnage des boues.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
NF U 44-108 (10-1982) BN FERTI	Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines. - Boues liquides. - Echantillonnage en vue de l'estimation de la teneur moyenne d'un lot	Echantillonnage sur site, en unité pilote ou en citerne de transport, d'un lot de boues de STEU, liquides, définies dans la norme NF U 44-041, pour analyse physico-chimique ultérieure.	Oui	Non ; il s'agit de la formalisation des connaissances à la date de publication	Prélèvement d'effluents, pour l'évaluation de leur aptitude à la valorisation agronomique par un intermédiaire en charge de la transformation avant commercialisation.
ASTM D6759-09 (2009) ASTM	Méthode normalisée pour le prélèvement des liquides, utilisant une benne excavatrice ou des échantillonneurs à des profondeurs spécifiées	Prélèvement à des profondeurs variables dans un liquide pouvant contenir des dépôts. Cette norme décrit la conception du plan d'échantillonnage et la manipulation de l'excavateur disponible dans le commerce et d'échantillonneurs de liquides à différentes profondeurs Les dispositifs de prélèvement sont utilisés pour des liquides dans des réservoirs, des étangs, les lagunes, et d'autres eaux masses superficielles ouvertes.	Oui	Non	Conception ou de mise en application des programmes de prélèvement de dépôts de fond. Certains des dispositifs décrits conviennent aux prélèvements de boues non séparées.
EPA 833-B-89-100 (1989) EPA	Public Owned Treatment Works : Sludge Sampling And Analysis Guidance Document ⁴	Guide méthodologique couvrant l' ensemble des opérations relatives aux contrôles des boues des stations d'épuration des eaux L'intérêt du document, par rapport aux méthodes normalisées ISO existantes, réside dans une tentative d'évaluation des coûts induits par la surveillance (chapitre 5)	oui	Non Les notions de performance de méthodes ou d'incertitude de mesure sont renvoyées vers les plans d'assurance qualité des entités en charge des échantillonnages et mesures.	Document support au déploiement de la révision 1989 du Clean Water Act (1977), dans l'attente de la publication par l'EPA de méthodes de référence. (en 2006 ce document est toujours le document de référence, les méthodes de référence spécifiques auxquelles il renvoie ne semblent pas publiées à cette date)

⁴ <http://www.epa.gov/npdes/pubs/owm012.pdf>

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
Guide d'application du Règlement 503, chapitre 6 (2002) EPA ⁵	Réglementation et technologies environnementales : Contrôle des agents pathogènes et des vecteurs dans des boues d'épuration	Ce guide méthodologique s'adresse aux boues d'épuration des eaux usées domestiques et industrielles, que les boues soient liquides, pâteuses ou déshydratées. Les méthodes comprennent des échantillonnages en lagunes ou stockages assimilés, sur convoyeur ou sur tas, ainsi que les fréquences et contenants appropriés (révision de EPA 625 R 92 013, 40 Code of Federal Regulations Part 503, § 9.3 à 9.8)	oui	Non Les notions de performance de méthodes ou d'incertitude de mesure sont renvoyées vers les plans d'assurance qualité des entités en charge des échantillonnages et mesures.	Prélèvement, conditionnement et conservation des boues en vue de la recherche d'agents pathogènes, de métaux et polluants réglementés. Prescriptions analogues à celles des normes ISO 5667-13 et ISO 5667-15.

A la date de publication de NF U 44-108, il n'existait pas de texte normatif autre relatif à l'échantillonnage des boues, ce qui en fait un texte très cité dans le domaine réglementaire, en particulier relatif au domaine agro-alimentaire, par exemple, :

- Arrêté du 3 mai 2000 relatif aux prescriptions applicables aux installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation sous la rubrique 2251 (Préparation, conditionnement de vin, la capacité de production étant supérieure à 20 000 hl/an) NOR: ATEP0090178A,
- Arrêté du 25 mai 2012 relatif aux prescriptions générales applicables aux installations classées soumises à déclaration sous la rubrique n°2250 production par distillation d'alcools de bouche d'origine agricole) NOR : DEVP1220106A,
- Cahier des clauses techniques générales fascicule n°81 – Titre II conception et exécution d'installations d'épuration d'eaux usées,

Néanmoins, il s'agit de la formalisation des connaissances à la date de publication, i.e. d'un texte ancien qui n'a fait l'objet d'aucune actualisation depuis sa publication. Entre temps, la norme NF EN ISO 5667-13 a comblé le manque au niveau supranational et fait référence : il serait pertinent de s'interroger sur le maintien parallèle des deux textes qui ne sont pas gérés par la même structure normative en France.

Quant au fascicule de documentation FD CEN/TR 15310-1, son domaine d'application ne concerne que la fraction des boues qui seraient impropres à la valorisation agricole, et son statut prescriptif est inférieur à celui des autres textes cités dans cette rubrique.

⁵ http://water.epa.gov/scitech/wastetech/biosolids/upload/2002_06_28_mtb_biosolids_503pe_503pe_6.pdf

Aux Etats-Unis, on trouve trois méthodes :

- l'une publiée par l'ASTM, dont le domaine d'application est limité aux dépôts de fond des lagunes, de peu d'intérêt réglementaire en France,
- les deux autres publiées par l'EPA en support au contrôle réglementaire des boues d'épuration. Les prescriptions techniques de la plus récente sont analogues à celles des normes NF EN ISO 5667-13 et 5667-15.

Techniques de prélèvement d'échantillonnage

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
NF EN ISO 5667-13 (07-2011) CEN/TC308 "boues conjointement avec ISOTC/147/ SC6 "qualité de l'eau- techniques de prélèvement	Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 13 : lignes directrices pour l'échantillonnage de boues	échantillonnage de boues provenant d'installations de traitement des eaux usées, de stations de traitement de l'eau et de procédés industriels, ainsi que des boues de fosses septiques. Cette norme concerne tous types de boues provenant de ces installations et aussi les boues présentant des caractéristiques semblables, par exemple les matières de vidange.	oui	Non. Il s'agit de recommandations basées sur la consolidation d'informations issues d'autres normes et de références bibliographiques	conception de programmes d'échantillonnage et sélection de techniques d'échantillonnage pour le prélèvement. Une des références ayant inspiré NF EN 16179 LA référence en matière d'échantillonnage des boues.
XP X31-100 (12-1992) Afnor CN "qualité des sols"	Qualité des sols - Échantillonnage – Méthode de prélèvement d'échantillons de sol.	Méthode d'échantillonnage des sols en général et des sols sur lesquels peut être appliqué tout substrat susceptible d'augmenter la teneur en éléments de valeur agronomique, tels que des boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines, en vue d'analyses destinées à une interprétation agronomique	Non	Non	Pour des sols ayant fait l'objet d'un apport fertilisant de boues , en vu d'une interprétation agronomique
NF EN 12579 (10-2000) remplace NF U 44-101	Produits organiques, amendements organiques , supports de culture- - échantillonnage	Méthodes d'échantillonnage des supports de culture et des amendements organiques qui permettent d'évaluer ultérieurement la qualité et la quantité de ceux-ci. Il est destiné à être utilisé par des fabricants, des acheteurs et des agents d'exécution chargés de vérifier les réclamations à propos des produits. Il n'est pas nécessairement destiné à être utilisé à des fins de contrôle de fabrication.	Non	Non, norme reposant sur les principes statistiques classiques de l'échantillonnage.	Ne s'applique aux boues de STEU qu'après transformation (compostage, par ex.)

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
NF U 44-108 (10-1982) BN FERTI	Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines. - Boues liquides. – Echantillonnage en vue de l'estimation de la teneur moyenne d'un lot	Echantillonnage sur site, en unité pilote ou en citerne de transport, d'un lot de boues de STEU, liquides, définies dans la norme NF U 44-041, pour analyse physico-chimique ultérieure.	Oui	Non ; il s'agit de la formalisation des connaissances à la date de publication	Prélèvement d'effluents, en vue de leur valorisation agronomique, par un intermédiaire en charge de la transformation avant commercialisation. Voir commentaires ci-dessus
FD CEN/TR 15310-2 (03-2007) CEN TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Prélèvement des déchets - Partie 2 guide relatif aux techniques d'échantillonnage	Etat de l'art concernant les techniques d'échantillonnage des déchets liquides et granulaires, y compris de matériaux pâteux et de boues	Ces documents s'intéressent aux déchets se présentant sous forme de dispersion de matières solides dans un liquide. Les boues d'épuration ne sont pas nommément citées.	Non	Pour des sols ayant fait l'objet d'un apport fertilisant de boues, en vu d'une interprétation agronomique
FD CEN/TR 15310-3 (03-2007) CEN TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Prélèvement des déchets - Partie 3 guide relatif aux procédures de sous-échantillonnage sur le terrain	Etat de l'art concernant les procédures visant à réduire la taille globale des déchets sur le terrain, afin de faciliter le transport de l'échantillon au laboratoire		Non	Pour des sols ayant fait l'objet d'un apport fertilisant de boues, en vu d'une interprétation agronomique

Si les techniques d'échantillonnage des matrices solides ont donné lieu à une production de méthodes abondante, en revanche peu de textes sont applicables aux boues d'épuration : les textes dans lesquels le mot clef "boues" est relevé sont pour la majorité d'entre eux dédiés à des déchets sous un forme rhéologique intermédiaire qui amène à les qualifier de boues, mais sans que cela se réfère aux boues d'épuration des eaux usées.

On retrouve les normes NF EN ISO 5667-13 et NF U 44-108, pour lesquelles l'analyse faite au paragraphe précédent reste valable. Aux Etats-Unis, on note trois méthodes :

- l'une publiée par l'ASTM, dont le domaine d'application est limité aux dépôts de fond des lagunes, de peu d'intérêt réglementaire en France,
- les deux autres publiées par l'EPA en support au contrôle réglementaire des boues d'épuration. Les prescriptions techniques de la plus récente sont analogues à celles des normes NF EN ISO 5667-13 et 5667-15.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
ASTM D6759-09 (2009) ASTM	Méthode normalisée pour le prélèvement des liquides, utilisant une benne excavatrice ou des échantillonneurs à des profondeurs spécifiées	Prélèvement à des profondeurs variables dans un liquide pouvant contenir des dépôts. Cette norme décrit la conception du plan d'échantillonnage et la manipulation de l'excavateur disponible dans le commerce et d'échantillonneurs de liquides à différentes profondeurs Certains des dispositifs décrits conviennent aux prélèvements de boues non séparées.	Oui	Non	Conception ou de mise en application des programmes de prélèvement de dépôts de fond . Les dispositifs de prélèvement sont utilisés pour des liquides dans des réservoirs, des étangs, les lagunes , et d'autres eaux masses superficielles ouvertes.
EPA – Guide d'application du Règlement 503, chapitre 6 (2002) EPA	Réglementation et technologies environnementales : Contrôle des agents pathogènes et des vecteurs dans des boues d'épuration	Ce guide méthodologique s'adresse aux boues d'épuration des eaux usées domestiques et industrielles, que les boues soient liquides, pâteuses ou déshydratées Les méthodes comprennent des échantillonnages en lagunes ou stockages assimilés, sur convoyeur ou sur tas, ainsi que les fréquences et contenants appropriés (révision de EPA 625 R 92 013, 40 Code of Federal Regulations Part 503, § 9.3 à 9.8)	oui	Non (Voir commentaires plus haut)	Prélèvement, conditionnement et conservation des boues en vue de la recherche d'agents pathogènes, de métaux et polluants réglementés. Prescriptions analogues à celles des normes ISO 5667-13 et ISO 5667-15.
EPA 833-B-89-100 (1989) EPA	Public Owned Treatment Works: Sludge Sampling And Analysis Guidance Document	Guide méthodologique couvrant l' ensemble des opérations relatives aux contrôles des boues des stations d'épuration des eaux L'intérêt du document, par rapport aux méthodes normalisées ISO existantes, réside dans une tentative d'évaluation des coûts induits par la surveillance (chapitre 5)	oui	Non Les notions de performance de méthodes ou d'incertitude de mesure sont renvoyées vers les plans d'assurance qualité des entités en charge des échantillonnages et mesures.	Document support au déploiement de la révision 1989 du Clean Water Act (1977), dans l'attente de la publication par l'EPA de méthodes de référence. (en 2006 ce document est toujours le document de référence, les méthodes de référence spécifiques auxquelles il renvoie ne semblent pas publiées à cette date)

Conservation, emballage et stockage et préparation des échantillons de laboratoire

Après la réalisation d'un prélèvement représentatif ne modifiant pas la composition de l'échantillon, la mise en œuvre d'une méthode d'analyse fiable peut être différée pour des raisons d'acheminement de l'échantillon ou de charge du laboratoire. Il convient donc que le maillon central d'opérations constitué par le transport et le stockage des échantillons ne réduise pas à néant les efforts déployés lors de l'échantillonnage et de l'analyse.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
NF EN ISO 5667-15 (10-2009) CEN/TC308 "boues" conjointement avec ISOTC/147/ SC6 "qualité de l'eau-techniques de prélèvement"	Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 15 : lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments	modes opératoires de conservation, de manipulation et de stockage des échantillons de boues provenant de stations d'épuration et de stations de traitement de l'eau potable, de matières en suspension, de sédiments en eau salée et en eau douce, jusqu'à ce que leur examen chimique, physique, radiochimique et/ou biologique puisse être entrepris en laboratoire.	oui	Non	Conservation des prélèvements réalisés selon NF EN ISO 5667-13 Une des références ayant inspiré NF EN 16179 LA référence en matière de conservation des échantillons de boues des boues.
FD CEN/TR 15310-4 (03-2007) CEN TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Prélèvement des déchets - Partie 4 guide relatif aux procédures d'emballage de stockage , de conservation , de transport et de livraison des échantillons	Etat de l'art concernant les procédures pour l'emballage, la conservation, le stockage à court terme et le transport d'échantillons de déchets solides et liquides, y compris les substances pâteuses et les boues	Citées à titre d'exemple de matériau à forte activité bactérienne	Non	Pour des sols ayant fait l'objet d'un apport fertilisant de boues, en vu d'une interprétation agronomique
NF EN ISO 16720 (05-2007) CEN TC345 Sols	Qualité du sol - Prétraitement des échantillons par lyophilisation pour analyse subséquente	Méthode de prétraitement par lyophilisation d'échantillons destinés à être soumis à une analyse ultérieure : analyse élémentaire ou dosage de composés organiques non volatils dans les conditions de lyophilisation.	"peut aussi être applicable à des échantillons de boues et de sédiments".	Non	ce texte a fait l'objet de travaux conjoints avec les comités boues ou compost dans le cadre du CEN/TC400. Il est cité in extenso dans NF EN 16179

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
NF EN 16179 (10-2012) CEN TC400 – méthodes horizontales	Boues , bio-déchets traités et sols - Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons	Prétraitement des boues, bio-déchets traités et sols (y compris les matériaux similaires aux sols), qui font l'objet de l'analyse de paramètres chimiques et physico-chimiques de substances organiques et inorganiques. modes opératoires pour : essai dans des conditions humides in situ ; essai après séchage, écrasement, concassage, ... essai sur boues liquides détermination de composés organiques : une méthode pour composés organiques volatils, une méthode pour composés organiques allant de modérément volatils à non volatils, et résultat d'analyse quantifié et reproductible, une méthode pour composés organiques allant de modérément volatils à non volatils et l'extraction sur échantillon de sol humide ou si résultats uniquement indicatifs	oui	Non : élaboré en se fondant sur des normes internationales existantes relatives au prétraitement, essentiellement des sols de fractions granulométriques spécifiées	Applicable largement sous réserve d'exigences spécifiques des méthodes d'analyse.
NF EN 15002 (04-2006) CEN TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Préparation de prises d'essai à partir de l'échantillon pour laboratoire	Préparation de prises d'essai représentatives à partir de l'échantillon pour laboratoire en vue d'analyse physique et/ou chimique de boues et d'échantillons solides ou liquides	Ce document s'intéresse aux déchets se présentant sous forme de dispersion de matières solides dans un liquide. Les boues d'épuration ne sont pas nommément citées.	Sans objet	Application de EN 14899 Caractérisation des déchets — Prélèvement des déchets — Procédure-cadre pour l'élaboration et la mise en œuvre d'un plan d'échantillonnage

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
EPA – Guide d'application du Règlement 503, chapitre 6	Réglementation et technologies environnementales : Contrôle des agents pathogènes et des vecteurs dans des boues d'épuration	Ce guide méthodologique s'adresse aux boues d'épuration des eaux usées domestiques et industrielles, que les boues soient liquides, pâteuses ou déshydratées Les méthodes comprennent des échantillonnages en lagunes ou stockages assimilés, sur convoyeur ou sur tas, ainsi que les fréquences et contenants appropriés (révision de EPA 625 R 92 013, 40 Code of Federal Regulations Part 503, § 9.3 à 9.8)	oui	Non Les notions de performance de méthodes ou d'incertitude de mesure sont renvoyées vers les plans d'assurance qualité des entités en charge des échantillonnages et mesures.	Prélèvement, conditionnement et conservation des boues en vue de la recherche d'agents pathogènes, de métaux et polluants réglementés. Prescriptions analogues à celles des normes ISO 5667-13 et ISO 5667-15.
EPA 833-B-89-100 (1989) EPA	Public Owned Treatment Works : Sludge Sampling And Analysis Guidance Document ⁶	Guide méthodologique couvrant l'ensemble des opérations relatives aux contrôles des boues des stations d'épuration des eaux L'intérêt du document, par rapport aux méthodes normalisées ISO existantes, réside dans une tentative d'évaluation des coûts induits par la surveillance (chapitre 5)	oui	Non Les notions de performance de méthodes ou d'incertitude de mesure sont renvoyées vers les plans d'assurance qualité des entités en charge des échantillonnages et mesures.	Document support au déploiement de la révision 1989 du Clean Water Act (1977), dans l'attente de la publication par l'EPA de méthodes de référence. (en 2006 ce document est toujours le document de référence, les méthodes de référence spécifiques auxquelles il renvoie ne semblent pas publiées à cette date)

Les boues d'épuration présentent des caractéristiques, à la fois physiques (rhéologie, granularité, teneur en eau) et de stabilité (activité bactérienne en particulier), qui les distingue fortement des déchets industriels ou des sols. C'est pourquoi NF EN ISO 5667-15:2009, élaborée à partir des connaissances consolidées des textes antérieurs, reste la référence : elle fait la synthèse des pratiques éprouvées issues des textes antérieurs (EPA en particulier), et les textes plus récents reproduisent ses prescriptions concernant les boues, limitant les apports aux matrice connexes, bio-déchets par exemple.

⁶ <http://www.epa.gov/npdes/pubs/owm012.pdf>

Autres sources bibliographiques

Comme évoqué précédemment, les Etats-Unis ne disposent pas d'une source normative unique : à l'intérieur du pays, des méthodes officielles sont produites par l'ASTM, l'ANSI, les différents départements de l'EPA, sans oublier l'application potentielles des normes ISO. De plus, une large latitude est laissée aux états pour les opérations de contrôle réglementaire environnemental. Ceci implique que dans chaque état il soit nécessaire d'encadrer les conditions de réalisation de ces opérations par des cahiers de clauses techniques très détaillés. Quelques exemples sont donnés dans le tableau ci-dessous :

Référence	Titre	Objet	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
NJSAGD (2012) http://www.state.nj.us/dep/dwq/pdf/final-njssag-doc-01-12.pdf	New Jersey Sludge Sampling and Analytical Guidance Document	document d'orientation destiné à aider à l'obtention des résultats d'analyse des boues exacts lorsque la qualité des boues doit être connue pour des besoins réglementaires	oui	Non Les performances des méthodes et les incertitudes de mesure du ressort des entités en charge des échantillonnages et mesures.	En appui au New Jersey Pollutant Discharge Elimination System (NJPDES)
Sludge Program Sampling QA (2009) http://www.epa.state.oh.us/portals/35/documents/Sludge_Program_SOPs_4-8-09.pdf	Manual of Ohio EPA Sludge Program Field Sampling Methods And Quality Assurance Practices	Document opérationnel décrivant les protocoles de prélèvement des boues liquides ou déshydratées à différents stades de production, afin de vérifier leurs caractéristiques en vue de leur réutilisation ou de leur élimination. On y trouve toutes les informations depuis la conception du plan d'échantillonnage jusqu'à l'établissement de la traçabilité du prélèvement, y compris l'identification des intervenants, en passant par le conditionnement, les conditions de stockage des échantillons en fonction des analyses subséquentes. Les méthodes d'analyses sont également spécifiées.	oui	non	En appui au contrôle réglementaire

Référence	Titre	Objet	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
NEIWPCC (new England Interstate Water Pollution Control Commission)	The Wastewater Treatment Plant Operators Guide to Biosolids Sampling Plans, Chapitre 7 http://www.neiwpcc.org/neiwpcc_docs/biosamplguide/SamplingGuide_Ch7_Web.pdf	Document similaire dans son contenu au manuel de l'Etat de l'Ohio. Les différences résident dans : les polluants additionnels par rapport à la liste fédérale, l'absence de lien avec les méthodes d'analyse à employer en suite.	oui	non	En appui au contrôle réglementaire
Residuals Management Program Residuals Land Application Approvals Massachusetts Department of Environmental Protection	http://www.mass.gov/eea/docs/dep/water/approvals/year-thru-alpha/w/wp2832in.doc	Document encadrant la gestion et le devenir des boues. Décrit en particulier les obligations des unités de compostage.	Oui	Non	

Documents sans objet dans le contexte des boues d'épuration :

ASTM D1698 - 03(2008) Méthode d'essai pour l'échantillonnage des dépôts et les déchets solubles dans les huiles isolantes usées

ASTM D5743 - 97(2013) Technique de prélèvement pour les liquides simples ou multicouches, avec ou sans solides, dans les fûts ou des récipients analogues

ASTM D7243 - 11 Méthode normalisée pour la mesure de la conductivité hydrauliques des boues d'industrie papetière

ASTM C1752 - 11 Guide normalisé pour le mesurage des propriétés physiques et rhéologiques des solutions, des boues, et des liqueurs radioactives

ASTM E1625 – 94 Méthode normalisée pour la détermination de la biodégradabilité des produits chimiques organiques au contact d'une boue activée

NEN 5727 – Sols -prélèvement d'échantillons en vue de l'analyse de l'amiante dans les sédiments et boues de dragage (langue : NL)

4.4 PARAMÈTRE PHYSIQUES

Teneur en matière sèche

Suivant leur processus de séparation et leur degré de maturation, les boues peuvent présenter des degrés d'humidité variable. Il est donc parfois utile de rapporter les mesures de micropolluants à une teneur par portion de matière sèche, afin de créer un référentiel qui permette la comparaison entre échantillons.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application ?	Données de caractérisation pour les boues ?	Utilisation
NF U44-171 (10-1982) BN FERTI	Boues - Amendements organiques - Supports de culture - Détermination de la matière sèche	Teneur en matière sèche par séchage à 105 °C	boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines	Non	Pour la détermination de la matière sèche en tant que caractéristique intrinsèque ou en amont des méthodes destinées à la détermination d'autres paramètres exprimés par rapport à la matière sèche
NF EN 14346 (03-2007) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Calcul de la teneur en matière sèche par détermination du résidu sec et de la teneur en eau	Teneur en matière sèche. Selon la nature de l'échantillon, le calcul est basé sur une détermination du résidu sec (Méthode A) ou une détermination de la teneur en eau (Méthode B)	Non	Oui	d'échantillons pour lesquels les résultats de l'analyse réalisée doivent être calculés par rapport à la matière sèche
NF EN 12880 (11-2000) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Détermination de la teneur en matière sèche et de la teneur en eau	Matière sèche et teneur en eau par séchage à 105 °C	Boues et produits dérivées (boues compostées)	Oui	Pour la détermination de la matière sèche en tant que caractéristique intrinsèque ou en amont de la détermination d'autres paramètres exprimés par rapport à la matière sèche
NF EN 15934 (09-2012) CEN/TC400 Horizontal	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets - Calcul de la teneur en matière sèche par détermination du résidu sec ou de la teneur en eau	Méthodes de calcul de la fraction de matière sèche. La détermination du résidu sec (méthode A) s'applique aux boues, biodéchets traités, sols et déchets solides ; La détermination de la teneur en eau (méthode B) s'applique aux déchets liquides et aux échantillons suspectés ou connus pour contenir des substances volatiles autres que l'eau.	Oui	Oui	En support à la Directive relative à la protection de l'environnement et notamment des sols, lors de l'utilisation des boues d'épuration en agriculture (DI 86/278/CE)
NEN 6624 (1982) NEN	Boues – détermination de l'indice volumique	volume, en ml, qui, après un temps de sédimentation de 30 minutes correspond à une quantité de boue présentant un résidu sec de 1 g.	Oui		Evaluation de l'aptitude à la sédimentation des boues activées. paramètre de pilotage des STEU

La teneur en matière sèche est un des exemples de la redondance de textes normatifs induite par l'absence de rattachement des boues d'épuration au statut de déchet. La démarche "Horizontale" a permis de produire un texte éligible dans le cas des contrôles réglementaires "nouvelle approche" selon DI 86/278/CE et ses déclinaisons. En juin 2013, la CN Afnor P16P a conseillé de remplacer NF EN 12880 par NF EN 15934, norme horizontale dont la partie A est équivalente à NF EN 12880, et recommande de ne pas favoriser NF U44-171, moins bien adaptée à la matrice "boues".

Perte au feu

La perte au feu est souvent utilisée afin d'évaluer la teneur en matière organique non volatile. C'est également un cas de redondance en termes de multiplicité des textes normatifs relatifs à un paramètre

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 15169 (05-2007) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Détermination de la perte au feu des déchets, des boues et des sédiments	perte au feu (550° C)	déchets, boues et sédiments.	Oui, boues de dragage et boues industrielles	Les résultats, exprimés par rapport à la matière sèche sont équivalents à ceux obtenus avec NF EN 12879.
NF EN 12879 (11-2000) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Détermination de la perte au feu de la matière sèche	perte au feu (550° C) sur la matière sèche	Oui	Oui	La perte au feu, souvent utilisée afin d'évaluer la teneur en matière organique non volatile, est ici appliquée à la matière sèche.
NF EN 15935 (12-2013) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets - Détermination de la perte au feu	Détermination de la perte au feu de la matière sèche à 550 °C. Cette méthode s'applique à la détermination de la perte au feu des boues, des bio-déchets traités, des sols et des déchets. La perte au feu des sédiments peut également être déterminée par cette méthode.	Oui Egalement : bio-déchets traités, des sols et des déchets, sédiments	Oui	Cette norme constitue un élargissement du domaine d'application de NF EN 12879 et une harmonisation avec NF EN 15169 Elle est analogue à la méthode EPA 2045G
NEN 6621 (1988) NEN param. inorganiques	Eaux usées et des boues - Détermination de la teneur en matières en suspension après séchage et perte au feu - Méthode gravimétrique	Méthode gravimétrique pour la mesure de la teneur en MES d'une eau usée et de la perte au feu à 600° C des MES et boues	Oui	Document non disponible	La spécificité du document réside dans l'intégration des opérations depuis l'eau usée jusqu'au résidu de calcination, ainsi que dans la température prescrite différente de 550° C
NEN 6499 (2010) NEN param. inorganiques	Environnement - norme générale pour la détermination des matières dissoutes et en suspension et des résidus secs et de la perte au feu	matières dissoutes, en suspension, résidus secs et perte au feu	Oui	Non	Norme chapeau destinée à supplanter à terme toutes les normes relatives aux paramètres cités pour les différents milieux environnementaux.

En juin 2013, la CN Afnor P16P n'a pas examiné ce paramètre car il n'apparaît pas dans l'arrêté 08/01/1998. Néanmoins, une substitution de la norme NF EN 12879 par la norme NF EN 15935 serait sans conséquences sur la continuité des chroniques. Il serait judicieux d'en envisager la réalisation au niveau CEN (TC 308), en impliquant également le CEN/TC 292 Déchets.

pH

Le pH est une mesure réalisée en support au traitement des boues urbaines, des boues industrielles et de traitement des eaux, afin d'établir la possibilité d'utiliser de la boue en agriculture, ou pour son dépôt en décharge. Elle est également réalisée dans le cadre de la surveillance des performances d'un digesteur.

Même si la redondance se limite pour la mesure du pH à deux textes similaires, l'annulation de l'un d'eux rendrait l'encadrement normatif de ce paramètre plus lisible.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 12176 (1998-05-01) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Détermination de la valeur du pH	détermination de la valeur du pH des boues, directe ou après dilution avec de l'eau si la boue contient plus de 50 g de matière sèche par kg.	Oui	Non	En support au traitement des boues urbaines, des boues industrielles et de traitement des eaux, établir la possibilité d'utiliser de la boue en agriculture pour son dépôt en décharge. Surveillance des performances d'un digesteur.
NF EN 15933 (2012-10-01) CEN/TC 400 Horizontal	Boue, biodéchets traités et sol - Détermination du pH	détermination du pH à l'aide d'une électrode en verre dans une suspension de boue, de bio-déchets traités ou de sol dilué à 1:5 (fraction volumique) dans de l'eau (pH-H ₂ O) ou dans une solution de chlorure de calcium à 0,01 mol/l (pH-CaCl ₂). S'applique aux échantillons de boue, de bio-déchets traités ou de sol frais ou séchés à l'air	Oui	Oui, pour chaque méthode	Cf. NF EN 12176 le pH en solution de chlorure de calcium est un paramètre agronomique. Le CENTC308 a recommandé l'annulation de EN 12176 au profit de EN 15933
EPA Method 9045 (2004) EPA SWO	pH du sol et des déchets	détermination du pH à l'aide d'une électrode en verre dans une suspension de boue, de déchets ou de sol dilué à 1:1 (m/w) dans de l'eau. La boue doit avoir une teneur minimale en solide de 200 g/L.	Oui	Non	Dans le cadre de l'application du règlement 503 aux USA. Cette méthode n'est pas similaire aux méthodes européennes

La CN Afnor P16P a recommandé l'annulation de la norme EN 12176 relative au pH au profit de la norme EN 15933. L'Afnor doit en faire la proposition au secrétariat du CEN/TC308.

On note une curiosité aux Pays-Bas : la norme NEN 6414 (1998), est dédiée à la mesure de la température de l'eau, mais aussi à celle des boues sur site.

Pouvoir calorifique

En cas d'impossibilité de valorisation agronomique des boues, la possibilité d'une valorisation thermique est envisagée. Le pouvoir calorifique est alors l'un des paramètres de décision.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 15170 (2009-01-01) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Détermination du pouvoir calorifique	Méthode de détermination du pouvoir calorifique supérieur des boues, à volume constant et à la température de référence de 25 °C dans une bombe calorimétrique étalonnée	Oui	Oui	En cas de valorisation thermique des boues
Pr XP TS 16023 (2010-02-20) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets ⁷ - Détermination du pouvoir calorifique	Texte non accessible	Texte non disponible	Texte non disponible	Ce projet de norme a été requalifié en spécification technique en 2011, puis a bénéficié d'une tolérance de calendrier pour gérer le retard du projet jusqu'à son acceptation en mai 2013. Texte identique à NF EN 15170.

Le CEN/TC292 n'a toujours pas procédé à la publication de EN/TS 16023, des pourparlers étant en cours pour une extension du domaine d'application de EN 15170 au domaine des déchets lors de sa révision quinquennale, avec affectation du texte élargi au CEN/TC 400 Horizontal.

⁷ Une erreur de traduction conduit un titre français dans le domaine de la Caractérisation des boues.

4.5 LIXIVIATION

Lors de l'épandage d'une boue, de sa mise en décharge ou de son stockage, par exemple au cours du processus de finition, les conditions climatiques peuvent conduire à son exposition au lessivage par les eaux de pluie. Les eaux de ruissellement peuvent se charger en micropolluants labiles. Les essais de lixiviation permettent de modéliser ce phénomène.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 12457-1 (12-2002) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 1 essai en bâchée unique avec un rapport liquide-solide de 2 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité)	essai de conformité fournissant des informations sur la lixiviation des déchets fragmentés et des boues. Déchets ayant une granularité < à 4 mm sans ou avec réduction et un taux de matière sèche au moins > 33 %. Rapport de lixiviation de 2 l/kg	Oui	Non.	Essais de conformité. Norme principalement conçue pour étudier les constituants inorganiques des déchets. Divergence nationale (inapplicabilité pour raison réglementaire) pour la France.
NF EN 12457-2 (12-2002) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 2 : essai en bâchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité)	essai de conformité fournissant des informations sur la lixiviation des déchets fragmentés et des boues. Déchets ayant une granularité < 4 mm sans ou avec réduction Rapport de lixiviation de 10 l/kg	Oui	Oui Boue chimique	Essais de conformité. Norme principalement conçue pour étudier les caractéristiques physico-chimiques et constituantes inorganiques des déchets.
NF EN 12457-3 (12-2002) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 3 : essai en bâchée double avec un rapport liquide-solide de 2 l/kg et de 8 l/kg pour des matériaux à forte teneur en solides et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité)	essai de conformité fournissant des informations sur la lixiviation des déchets fragmentés et des boues. Déchets ayant une granularité < 4 mm sans ou avec réduction 2 essais successifs avec rapport de lixiviation successivement de 2 l/kg, puis de 10 l/kg	Oui	Non	Essais de conformité. Norme principalement conçue pour étudier les constituants inorganiques des déchets. Divergence nationale (inapplicabilité pour raison réglementaire) pour la France.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 12457-4 (12-2002) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 4 : essai en bâchée unique avec un rapport liquide/solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 10 mm (sans ou avec réduction de la granularité)	essai de conformité fournissant des informations sur la lixiviation des déchets fragmentés et des boues. Déchets ayant une granularité < 10mm sans ou avec réduction Rapport de lixiviation de 10 l/kg	oui	non	Essais de conformité. Norme principalement conçue pour étudier les constituants inorganiques des déchets. Divergence nationale (inapplicabilité pour raison réglementaire) pour la France.
DIN 38414-4 (1984) DIN	Boues et sédiments – détermination de l'aptitude à la lixiviation	Document non accessible	Oui	Document non accessible	L'impossibilité d'accéder à une description du contenu ne permet pas d'évaluer dans quelle mesure cette norme DIN peut être rapprochée d'une des 4 normes européennes portant sur le même sujet.
TNSSS Sampling and Analysis Technical Report – Annex A (2009) EPA	Protocole de lixiviation des solides en vue de la recherche des anions	Pas de spécification de granularité Rapport de lixiviation 1:200	Oui	Validation globale avec les analyses subséquentes	Dans le cadre de l'étude "TNSSS", en vue de la caractérisation des nitrates, nitrites, phosphates et fluorures.
NEN 6621 (1988) NEN "eaux usées"	Boues - Détermination du sable et d'autres matières non solubles dans l'acide, de fraction granulométrique supérieure à 0,1 mm - Méthode gravimétrique	Fraction granulométrique autre que "fine" dans les éléments minéraux des boues	Oui	Non	Non précisée

En France, l'essai décrit dans la norme EN 12457-4 n'est pas applicable en application des textes de réglementations suivant, relatifs aux déchets :

- arrêté ministériel du 18 décembre 1992, amendé, relatif au stockage de certains déchets industriels ultimes et stabilisés.
- arrêté ministériel du 16 juillet 1991, relatif à l'élimination des sables de fonderie contenant des liants organiques de synthèse.
- arrêté ministériel de janvier 1991, relatif aux usines d'incinération d'ordures ménagères.
- circulaire du 9 mai 1994, relative à l'élimination des mâchefers d'incinération des résidus urbains.

L'essai applicable à la date de mise en vigueur de ces règlements est basé sur le principe d'un rapport liquide-solide de 10 pour des déchets dont la granularité est égale à 4 mm, tel que décrit dans la norme EN 12457-2.

L'analyse des lixiviats est conduite selon la norme NF EN 16192 citée dans le paragraphe 4.6.

Dans le cadre du TNSSS, un protocole de lixiviation spécifique a été développé par l'EPA en préalable à l'analyse des anions. Il n'est congruent avec aucun protocole européen sur les déchets.

4.6 ANALYSE CHIMIQUE : ANALYSE ÉLÉMENTAIRE

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 16192 (03-2012) CEN TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Analyse des éluats	pH, ammonium, AOX, As, Ba, Cd, Cl-, CN-aisément libérable, Co, Cr, Cr(VI), Cu, COD/COT, conductivité électrique, F-, Hg, Mo, Ni, NO ₂ -, Pb, indice phénol, S total, Sb, Se, SO ₄ ²⁻ , TDS, V et Zn dans les éluats aqueux obtenus par lixiviation d'échantillons de déchets, en appliquant la norme NF EN 12457 «Caractérisation des déchets — Lixiviation — Essai de conformité pour la lixiviation des déchets fragmentés et des boues »	Non	Oui	Dans le cadre de l'application des directives 91/156/CEE et 2003/33/CEE
NF EN 13137 (10-2001) CEN/TC292 Déchets	Caractérisation des déchets - Dosage du carbone organique total (COT) dans les déchets, boues et sédiments	Deux méthodes de détermination de la teneur en carbone organique total dans les déchets bruts : l'une, par calcul de la différence entre les résultats des mesures du carbone total (CT) et du carbone inorganique total (CIT), l'autre, par traitement à l'acide du déchet et mesure du dioxyde de carbone libéré lors de la combustion.	Oui	Boues de dragage	Evaluation de l'aptitude des déchets à être mis en décharge. Mode opératoire similaire à celui de NF EN 15936. Arbitrage à prévoir.
NF EN 15936 (01-2013) CEN/TC400 Horizontal	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets - Détermination de la teneur en carbone organique total (COT) par combustion sèche	Détermination de la teneur en carbone organique total (COT) dans des échantillons de boues, de bio-déchets traités, de sols et de sédiments, par deux méthodes Cf. NF EN 13137	Oui	Oui	Mode opératoire similaire à celui de NF EN 13137 Arbitrage à prévoir.

Lors de la mise en décharge des boues non épandables, elles sont considérées comme des déchets et donc susceptibles de subir les essais de lixiviation relatifs aux déchets signalés dans le paragraphe 4.5, ce qui justifie que, bien que les boues ne fassent pas partie du domaine d'application de la norme NF EN 16192, celle-ci comporte des données de validation sur des lixiviats de boues.

Les modes opératoires des normes NF EN 13137 et NF EN 15936 ne présentent pas de différence pouvant laisser craindre une quelconque rupture de chroniques en cas de substitution. De plus, si la norme NF EN 13137 revendique l'applicabilité les boues, sédiments et matériaux similaires, son processus d'élaboration n'a pas impliqué les experts des milieux concernés, contrairement à la norme la norme NF EN 15936. Un arbitrage serait donc judicieux afin de simplifier l'examen des boues par rapport aux diverses réglementations. Cet arbitrage peut être sollicité auprès du CEN par la CN X30 D.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 16168 (10-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination de la teneur totale en azote par combustion sèche	Détermination de la teneur totale en azote (organique et inorganique) selon le mode opératoire de Dumas (combustion oxydante à 850° C)	Oui	Oui	L'azote total comprend les nitrates, les nitrites, l'azote ammoniacal et l'azote lié à la matière organique.
NF EN 16169 (10-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination de l'azote Kjeldahl	Détermination de l'azote Kjeldahl selon le mode opératoire de Kjeldahl : minéralisation catalysée par du sélénium ou du cuivre, réalisée à une température élevée grâce à l'emploi de sulfate de sodium en concentration importante.	Oui	Oui	Les composés azotés mesurés par cette méthode proviennent principalement de la dégradation bactérienne des composés organiques provenant de l'azote. Les nitrates et les nitrites ne sont pas inclus. Les composés comportant de l'azote lié dans des liaisons N-N, N-O et certains hétérocycles (pyridines) ne sont que partiellement déterminés.
NF EN 13342 (12-2000) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Détermination de l'azote Kjeldahl	Détermination de l'azote Kjeldahl, par minéralisation catalysée par du sélénium ou du cuivre, réalisée à une température élevée grâce à l'emploi de sulfate de sodium en concentration importante. Cf. NF EN 16169	Oui	Oui	
NF EN 14671 (10-2006) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Prétraitement pour le dosage de l'azote ammoniacal extractible par une solution de chlorure de potassium à 2 mol/l	Dosage de l'azote ammoniacal extractible au moyen d'une solution de chlorure de potassium à 2 mol/l mélangée avec des boues d'eaux résiduaires fraîches et digérées	Oui	Oui	L'azote ammoniacal constitue dans une matière fertilisante la réserve d'azote accessible à la plante après oxydation.
XP CEN/TS 16177 (03-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Extraction pour la détermination de l'azote nitrique et ammoniacal extractible	Dosage de l'azote ammoniacal et de l'azote nitrique dans les boues, les biodéchets traités et les sols après extraction avec une solution de chlorure de potassium à 1 mol/l.	Oui	Oui	Cette méthode permet de déterminer simultanément et de différencier l'azote ammoniacal et les nitrates
EPA Method 1688, Draft (01-2001) EPA SWO	Azote Kjeldahl total dans l'eau et les bio-solides par colorimétrie automatisée avec digestion semi-automatique préliminaire	Extraction par de l'eau à ébullition dans un rapport 1:10, minéralisation de l'extrait à catalysé par un mélange de sulfate de cuivre et de potassium, dosage colorimétrique	Oui	Oui	Utilisée dans le cadre du TNSSS avec un protocole de lixiviation modifié.

Pour la mesure de l'azote Kjeldahl, les modes opératoires de NF EN 16169 et de NF EN 13342 sont identiques, mais la norme NF EN 16169 présente de meilleures performances : un arbitrage est nécessaire. La CN P16P s'est prononcée en juin 2013 pour la substitution de NF EN 13342 par NF EN 16169. L'Afnor initiera la réflexion auprès du CEN/TC308.

L'azote ammoniacal est susceptible de lessivage et de volatilisation après épandage, c'est pourquoi il est important d'équilibrer son apport par rapport aux formes oxydées de l'azote, immédiatement accessibles. Les modes opératoires des normes NF EN 14671 et XP CEN/TS 16177 diffèrent : il y aura lieu d'initier une réflexion en partenariat avec les experts agronomes des commissions P16P et CEN/TC308 sur la coexistence des deux textes, et, dans cette attente, les experts de la P16P ont recommandé en juin 2013 le recours préférentiel à la norme NF EN 14671 pour préserver la continuité d'éventuelles chroniques.

La méthode EPA 1688 a remplacé le catalyseur de Kjeldhal (mercure/sélénium) par un catalyseur moins polluant. La méthode de dosage comportant une étape d'étalonnage par rapport à une substance de référence, ses résultats devraient être similaires à ceux de la méthode originelle. Néanmoins, aucune étude comparative n'est publiée.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
EPA Method 340.2, (1974) EPA SWO	Fluorures (méthode potentiométrique à l'aide d'une électrode sélective)	Fluorures	Non	Non	Méthode de mesure pour les eaux de tous types appliquée sur des lixiviats dans le cadre du TNSSS
EPA Method 353.2 (1974) EPA SWO	Mesure de l'azote provenant des nitrates et des nitrites par colorimétrie automatisée	Formes oxydes de l'azote (nitrates et nitrites) en globalité. Mesure colorimétrique après réduction à l'aide d'un catalyseur Cu/Cd	Non	Non	Méthode de mesure pour les eaux de tous types appliquée sur des lixiviats dans le cadre du TNSSS

Les méthodes EPA utilisée pour les anions dans le cadre du TNSSS ne sont pas appliquées directement aux boues, mais à des lixiviats pour la détermination de la fraction de ces composés qui peuvent être lessivés dans des conditions spécifiées. Il serait facilement possible de faire le même type de mesure en France en appliquant des méthodes normalisées dédiées aux eaux à des lixiviats obtenus selon la norme NF EN 12457-2.

Méthodes de minéralisation avant dosage des éléments minéraux

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 15309 (07-2007) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets et du sol - Détermination de la composition élémentaire par fluorescence X	Détermination quantitative des concentrations en éléments majeurs et en éléments traces dans les sols, les matériaux de type sol et les déchets solides homogènes à l'aide de spectromètres de fluorescence X, en utilisant un étalonnage réalisé avec des références internes à l'appareil. La méthode de préparation de la perle fondue n'est pas applicable aux boues d'épuration, trop liquides et contenant trop de matière organique. Un mode opératoire adapté est décrit en annexe informative	Non	Boue industrielle	Eléments : Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Br, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, I, Cs, Ba, Ta, W, Hg, Tl, Pb, Bi, Th et U. Niveaux de concentration accessibles compris entre 0,0001 % et 100 % selon l'élément dosé et l'instrument utilisé : selon les matériaux, dosage des majeurs, de certains éléments traces, ou essais d'orientation avant la mise en œuvre d'autres méthodes.
NF EN 14672 (12-2005) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Dosage du phosphore total	Méthode de prétraitement pour la minéralisation complète de la boue digérée ou fraîche en vue du dosage du phosphore total sous forme d'orthophosphate par chromatographie ionique ou spectrophotométrie au molybdate d'ammonium	Oui	Oui	Dosage de phosphore sous d'orthophosphates dans des structures disposant de moyens techniques limités.
EPA Method 365.3 (1978) EPA SWO	Mesure de toutes les formes du phosphore (colorimétrie à l'acide ascorbique)	Toutes les formes de composés phosphorés sont transformées en orthophosphates, soit par hydrolyse des polyphosphates, soit par oxydation des formes organiques, puis mesurées par colorimétrie	Non	Non	Méthode de mesure pour les eaux de tous types appliquée sur des lixiviats dans le cadre du TNSSS
DIN 38414-12 (1986) DIN	Mesure du phosphore dans les boues et sédiments	Document non accessible. Il est possible que cette méthode soit similaire à NF EN 14672	oui	Document non accessible	Document non accessible

Concernant le dosage du phosphore, Il n'y a pas de conflit au premier niveau entre la méthode colorimétrique et les méthodes par ICP/MS ou par ICP/OES, les principes étant différents. Le maintien de tous les protocoles en parallèles peut se justifier par la nécessité de disposer d'une méthode à faible investissement matériel. Néanmoins, une étude comparative pourrait être intéressante à terme afin de comparer les performances de toutes les méthodes en terme d'exactitude (convergence des valeurs mesurées).

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
PR NF ISO 16729 (08-2012) ISO/TC 190 Sols	Qualité du sol - Digestion des fractions d' éléments solubles dans l'acide nitrique Date cible de publication : 03-2014	Digestion par micro-ondes des boues, des bio-déchets traités et des sols en utilisant de l'acide nitrique	Oui	Oui pour Cd, Cr, Cu, Fe, Ni, Pb, Zn. méthode de dosage mise en œuvre non précisée	La digestion à l'acide nitrique d'échantillons prélevés dans l'environnement ne conduit pas nécessairement à une minéralisation complète de l'élément.
NF EN 16173 (09-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Digestion des éléments solubles dans l' acide nitrique	Digestion par micro-ondes des boues, des biodéchets traités et des sols en utilisant de l'acide nitrique	Oui	Oui pour Cd, Cr, Cu, Fe, Ni, Pb, Zn.	La digestion à l'acide nitrique d'échantillons prélevés dans l'environnement ne conduit pas nécessairement à une minéralisation complète de l'élément.
EPA Method 3050B (1996) EPA SWO	Digestion acide des sédiments, boues et sols	2 procédures de digestion spécifiques : une à l' acide pour la préparation de sédiments, boues, et des échantillons de sol pour analyse par spectrométrie de flamme d'absorption atomique (FLAA) ou plasma à couplage inductif spectrométrie d'émission atomique (ICP-OES) l'autre à l' acide et au peroxyde d'hydrogène pour la préparation de sédiments, boues, et des sol pour analyse des échantillons par absorption atomique avec four graphite (GFAA) ou couplage plasma inductif/spectrométrie de masse (ICP-MS).	Oui	Oui	Les minéralisats résultant de ces deux procédures ne sont pas interchangeables et doivent être utilisées uniquement avec les appareils analytiques ciblés.

La norme PR NF ISO 16729 constitue une reprise intégrale par l'ISO de la norme NF EN 16173 : il n'y a donc pas de risque de divergence de résultat par l'application de l'une ou l'autre des deux normes, et il est positif de voir l'ISO s'approprier une norme européenne. Néanmoins, le réexamen de la norme européenne en vue de sa substitution par la norme ISO n'est pas envisageable avant la période de révision de la norme européenne (2015), ce qui implique une période potentielle de coexistence des deux normes.

La méthode EPA 3050B utilise également la digestion à l'acide nitrique et ne conduit pas nécessairement à une minéralisation complète des éléments.

On trouve dans les collections néerlandaises la survivance de méthodes de préparation des digestats par des mélanges d'acides très oxydants destinés à assurer la minéralisation des éléments les plus réfractaires, mais qui ont été abandonnés en France en raison de :

- l'interférence majeure des sulfates en ICP,
- l'incompatibilité des mélanges sulfo-nitrique ou à base d'acide perchlorique avec les matériels de préparation automatisés par micro-ondes.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NEN 6447 (1979) NEN	Préparation des échantillons de boues ou d'eau contenant de la boue pour la détermination des éléments par spectrophotométrie d'absorption atomique	Digestion de l'eau et des boues à l'acide nitrique et à l'acide perchlorique	oui	Document non accessible	Protocole d'efficacité supérieure à NF EN 16173 et NF EN 16174
NEN 6464 (1981) NEN	Boues et eaux chargées – Digestion à l'acide nitrique et l'acide sulfurique	Préparation des échantillons de boue ou de l'eau contenant de la boue pour la détermination des éléments par spectrométrie d'absorption atomique.	oui	Document non accessible	Protocole pratiquement abandonné en France car non compatible avec les techniques ICP

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 16174 (09-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Digestion des éléments solubles dans l'eau régale	Digestion par micro-ondes des boues, des biodéchets traités et des sols en utilisant de l'eau régale. Bien que plus efficace que la digestion à l'acide nitrique, il arrive que la digestion à l'eau régale n'aboutisse pas nécessairement à une décomposition totale de l'échantillon. Les concentrations d'analytes extraits ne reflètent alors pas nécessairement les teneurs totales dans l'échantillon. Le cas est peu répandu pour les boues de STEU.	Oui	Oui pour As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, P, Pb, Zn.	Préparation de l'échantillon en vue du dosage des éléments minéraux. Recouvrement partiel avec NF EN 13346.
NF EN 13346 (12-2000) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Détermination des éléments traces et du phosphore - Méthodes d'extraction à l'eau régale	méthodes pour la digestion, à l'aide d'eau régale, des éléments traces et du phosphore se trouvant dans les boues et produits dérivés des boues. Analyse subséquente par AAS, ICP/MS ou ICP/OES. Recouvrement partiel avec NF EN 16174.	Oui	Oui, CVR > 50 % du fait de l'utilisation de plusieurs méthodes de dosage	La méthode est appropriée pour la détermination de As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn et P
NEN 6961 (1981) NEN	Boues et eaux chargées – Digestion à l'eau régale	Recouvrement avec EN 16174, pour le domaine des boues	Oui	Document non accessible	Préparation des échantillons de boue ou de l'eau contenant de la boue pour la détermination des éléments par spectrométrie d'absorption atomique.
EPA Method 3051AB (2007) EPA SWO	Digestion acide des sédiments, boues et sols par technique micro-onde	2 procédures de digestion pour la préparation de sédiments, boues, et des échantillons de sol: <ul style="list-style-type: none"> • une à l'acide nitrique • l'autre à l'eau régale 	Oui	Non	Cette méthode constitue une automatisation de l'alternative 1 de la méthode EPA 3050B et introduit l'eau régale

On notera la présence de données de performances pour le mercure et le sélénium dans NF EN 13346, alors que ces éléments ne sont pas considérés dans NF EN 16174. Néanmoins, les performances de répétabilité et de reproductibilité affichées pour le sélénium sont faibles, vraisemblablement en raison de l'absence de traitement différencié des résultats en fonction de la méthode de dosage.

Dans le cadre de la revue des méthodes citées dans l'arrêté 08/01/1998, conduite en juin 2013 par la CN P16P sur demande du MEDDE, les experts français ont souligné la similitude entre les protocoles opérationnels de minéralisation décrits dans NF EN 13346 et dans NF EN 16174 et le peu de risque de rupture de chroniques à utiliser indifféremment l'un ou l'autre.

Il y aura à terme un intérêt à basculer sur la structuration adoptée par le CEN/TC 400, qui sépare dans des normes dédiées les protocoles relatifs à la minéralisation et au dosage, afin de favoriser l'identification des sources de variabilité.

Analyse des métaux

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN ISO 5961 (08-1995) ISO/TC147 Eaux	Qualité de l'eau - Dosage du cadmium par spectrométrie d'absorption atomique	Dosage du cadmium dans la plupart des types d'eaux	Oui	Non	Aucune méthode de minéralisation spécifique aux boues n'est indiquée.
NF EN 13346 (12-2000) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Détermination des éléments traces et du phosphore - Méthodes d'extraction à l'eau régale	Méthodes pour la digestion, à l'aide d'eau régale, des éléments traces et du phosphore se trouvant dans les boues et produits dérivés des boues. Analyse subséquente par AAS, ICP/MS ou ICP/OES. Recouvrement partiel avec NF EN 16174.	Oui	Oui, CVR > 50 % du fait de l'utilisation de plusieurs méthodes de dosage	La méthode est appropriée pour la détermination de As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn et P
XP CEN/TS 16172 (03-2013) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, bio-déchets traités et sols - Détermination des éléments par spectrométrie d'absorption atomique avec four en graphite (GF-AAS)	Détermination des éléments en traces solubles dans des solutions de digestion d'eau régale ou d'acide nitrique de boues, de bio-déchets traités et de sols, en utilisant la spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique dans un four graphite.	Oui	Cf. NF EN 16173 et NF EN 16174	Application préalable de NF EN 16173 ou NF EN 16174 éléments visés : Arsenic (As), cadmium (Cd), cobalt (Co), plomb (Pb), antimoine (Sb), thallium (Tl), vanadium (V).
XP CEN/TS 16188 (04-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des éléments solubles dans l'eau régale et l'acide nitrique - Spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAA)	Détermination de métaux solubles dans l'eau régale et l'acide nitrique, présents dans les échantillons de boues, de biodéchets traités et de sols, par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme	Oui	Cf. NF EN 16173 et NF EN 16174	Application préalable de NF EN 16173 ou NF EN 16174 éléments visés : Chrome (Cr), cobalt (Co), cuivre (Cu), fer (Fe), manganèse (Mn), nickel (Ni), zinc (Zn)
EPA Method 200.9 (1994) EPA SWO	détermination des éléments traces par spectrométrie d'absorption atomique avec four en graphite (GF-AAS)	Détermination de métaux solubles dans l'eau régale, présents dans les échantillons d'eaux, de boues, de sédiments et de sols, par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme	Oui	Boues électrolytiques	Similaire à XP CEN/TS 16172

La minéralisation est l'étape déterminante pour la réalisation d'une analyse représentative des matrices solides, c'est pourquoi le CEN/TC 308 a produit en 2000 la norme NF EN 13346 avec pour objectif le dosage des éléments réglementés. La spécificité de cette norme réside dans la méthode de minéralisation, qui a été spécialement adaptée aux boues.

La méthode de minéralisation a été élaborée dès le début des discussions européennes relatives aux boues, pour rapprocher l'analyse du minéralisat des méthodes existant déjà de plus longue date dans le domaine de l'analyse de l'eau. C'est pourquoi certaines normes analytiques du domaine de l'eau citent les boues dans leur domaine d'application.

Si l'analyse du phosphore uniquement est demandée alors la NF EN 14672 est adaptée.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
XP CEN/TS 16175-1 (02-2013) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination du mercure - Partie 1 spectrométrie d'absorption atomique en vapeur froide (SAA-VP)	détermination du mercure soluble dans l'eau régale ou l'acide nitrique des boues, des biodéchets traités et des sols	Oui	Non	Application préalable de NF EN 16173 ou NF EN 16174 La limite inférieure de la gamme de travail est de 0,03 mg/kg (par rapport à la matière sèche).
XP CEN/TS 16175-2 (02-2013) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination du mercure - Partie 2 : spectrométrie de fluorescence atomique en vapeur froide (SFA-VP)	Détermination du mercure soluble dans l'eau régale ou l'acide nitrique , des boues, des biodéchets traités par spectrométrie de fluorescence atomique en vapeur froide (SFA-VP).	Oui	Non	Application préalable de NF EN 16173 ou NF EN 16174 La limite inférieure de la gamme de travail est de 0,003 mg/kg (par rapport à la matière sèche).
EPA Method 245.7 (2007) EPA SWO	Dosage du mercure dans l'eau par spectrométrie d'absorption atomique en vapeur froide (SFA-VP)	Détermination du mercure dans l'eau par spectrométrie de fluorescence atomique en vapeur froide (SFA-VP) après minéralisation à l'aide d'un mélange permanganate de potassium / persulfate de potassium à chaud.	Non	Non	Dans le cadre du "Targeted National Sewage Sludge Survey" (TNSSS) Cependant, pour la surveillance réglementaire, c'est la méthode 7471B qui est prescrite
EPA Method 7471B (2007) EPA SWO	Mercure dans les déchets solides et pâteux par spectrométrie d'absorption atomique en vapeur froide (SFA-VP)	Détermination du mercure dans l'eau par spectrométrie de fluorescence atomique en vapeur froide (SFA-VP) après minéralisation à l'aide d'un mélange permanganate de potassium / persulfate de potassium à chaud.	Oui	Oui	Contrôle réglementaire aux USA pour l'application du règlement 503 dans le cadre du NPDES
EPA Method 105 (1996) EPA SWO	Dosage du mercure les boues d'épuration	Détermination du mercure dans l'eau par spectrométrie de fluorescence atomique en vapeur froide (SFA-VP) après minéralisation à l'aide d'un mélange permanganate de potassium / persulfate de potassium à chaud , sur un échantillon composite réalisé sur la bande convoyeuse de la STEU	Oui	Non	Pour l'auto-contrôle sur site.

Les normes développées entre 2004 et 2012 par le CEN/TC 400 ont été élaborées dans un consensus large, et les experts français considèrent comme préférable à terme d'avoir une seule méthode pour l'analyse du mercure dans les différentes matrices, CEN/TS 16175-1 et/ou 16175-2 de préférence à XP CEN/TS 16170, XP CEN/TS 16171.

Concernant les opérations menées hors d'Europe, bien que la méthode EPA 245.1 pour le dosage du mercure soit dédiée à l'eau et non aux boues, elle est citée comme méthode applicable dans le cadre du "Targeted National Sewage Sludge Survey" (TNSSS), après minéralisation à l'eau régale : la méthode de minéralisation décrite dans la norme n'est pas adaptée aux boues. De plus, les méthodes EPA ne sont pas recommandées en Europe car elles font appel à des réactifs de minéralisation présentant un danger d'explosion lors de la mise en œuvre.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN ISO 11885 (11-2009) ISO/TC147 Eaux	Qualité de l'eau - Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)	Dosage de certains éléments minéraux dans la plupart des types d'eaux.	Oui	Non	Nombre d'éléments visés: 36
NF EN ISO 17294-2 (04-2005) ISO/TC147 Eaux	Qualité de l'eau - Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) - Partie 2 dosage de 62 éléments	Dosage de 62 éléments dans les différents types d'eau	Oui	Oui	Nombre d'éléments visés: 62
NF EN 13346 (12-2000) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Détermination des éléments traces et du phosphore - Méthodes d'extraction à l'eau régale	Méthodes pour la digestion, à l'aide d'eau régale, des éléments traces et du phosphore se trouvant dans les boues et produits dérivés des boues. Analyse subséquente par AAS, ICP/MS ou ICP/OES..	Oui	Oui, CVR > 50 % du fait de l'utilisation de plusieurs méthodes de dosage	La méthode est appropriée pour la détermination de As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn et P Recouvrement partiel avec NF EN 16174
XP CEN/TS 16170 (12-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, bio-déchets et sols - Détermination des éléments en traces par spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)	Méthode de détermination des éléments minéraux par ICP/OES dans des digestats d'eau régale (NF EN 16174) et d'acide nitrique (NF EN 16173) de boues, de bio-déchets traités et de sols.	Oui	Cf. NF EN 16173 et NF EN 16174	Application préalable de NF EN 16173 ou NF EN 16174 Le nombre des éléments visés est très large (62)
XP CEN/TS 16171 (02-2013) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, bio-déchets traités et sols - Détermination des éléments en traces par spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence (ICP-MS)	Méthode de détermination des éléments minéraux par ICP/MS dans des digestats d'eau régale (NF EN 16174) et d'acide nitrique (NF EN 16173) de boues, de bio-déchets traités et de sols.	Oui	Cf. NF EN 16173 et NF EN 16174	Application préalable de NF EN 16173 ou NF EN 16174 Le nombre des éléments visés est très large (62)

Pour la raison évoquée plus haut, on retrouve pour l'analyse par la technique ICP des normes élaborées par la commission ISO/TC147 Eaux. Les normes produites par le CEN/TC 400 Horizontal, XP CEN/TS 16170 et 16171, ont actuellement un statut expérimental en raison de l'acquisition des données de performances dans le cadre de l'évaluation des méthodes de digestion, sans traitement statistique différencié des méthodes d'analyse, mais elles représentent la synthèse des pratiques actuelles dans des laboratoires fiables.

Les experts de la CN P16P, réunis en juin 2013, ont estimé que les méthodes décrites par les normes XP CEN/TS 16170, XP CEN/TS 16171, NF EN ISO 11885, NF EN ISO 17294-2 pouvaient être utilisées de manière équivalente sans risque.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
EPA Method 200.7 (1994) EPA SWO	Détermination des métaux et oligoélément dans l'eau et les déchets par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence	27 métaux (Al, Sb, As, Ba, Be, B, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Li, Mg, Mn, Hg, Mo, Ni, P, K, Se, Ag, Na, Sr, Tl, Sn, Ti, V, Zn)	Oui	Oui (boues électrolytiques)	Permet de déterminer de quantités de 3 à 4 mg/kg, après lixiviation ou minéralisation à l'eau régale.
EPA Method 200.8 (1994) EPA SWO	Détermination des métaux et oligoélément dans l'eau et les déchets par spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence	24 métaux (Al, Sb, As, Ba, Be, Cd, Ca, Ce, Cr, Co, Cu, Fe, Pb, Mn, Hg, Mo, Ni, Se, Ag, Tl, Th, U, V, Zn)	oui	Oui (boues électrolytiques)	Après lixiviation ou minéralisation à l'eau régale.

Les méthodes EPA 200.7 et 200.8, préconisées dans le cadre du TNSSS, sont équivalentes aux méthodes XP CEN/TS 16170 et 16171.

4.7 ANALYSE CHIMIQUES (MICROPOLLUANTS ORGANIQUES)

L'ASTM développe une activité plutôt focalisée sur les technologies industrielles et ne produit dans le domaine environnemental que des méthodes en complément aux méthodes EPA, pour permettre l'utilisation d'une technique de préparation d'échantillon particulière encore non prise en compte par l'EPA, par exemple. Ceci explique la relativement restreinte production de textes ASTM dédiés à la caractérisation des boues.

Nous avons identifié essentiellement des méthodes de préparation d'extraits, qui sont ensuite analysés par une méthode EPA.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
ASTM D5369-93 (2008) ASTM	Technique normalisée pour l'extraction des échantillons de déchets solides pour l'analyse chimique en utilisant l'extraction de Soxhlet	Extraction par fréon	oui	Sans objet : il s'agit uniquement de la préparation de l'échantillon	Extraction exhaustive des composés organiques semi-volatils.
ASTM D6010 - 12 (2012) ASTM	Technique normalisée pour l'extraction micro-onde par solvants en flacon fermée des composés organiques des matrices solides	Extraction des composés semi-volatils et non volatils pour analyse subséquente par GC ou GC/MS. Les solvants sont choisis en fonction des matrices visées.	Oui	Sans objet : il s'agit uniquement de la préparation de l'échantillon	Evaluation de l'aptitude à la lixiviation des polluants.

Les collections européennes, mais surtout EPA, plus riches, sont présentées ci-après.

Analyse des substances organiques réglementaires

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
XP X33-012 (03-2000) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et des polychlorobiphényles (PCB)	Extraction, de purification et de détermination des HAP et PCB présents dans les boues	Oui	Oui	En vue des contrôles préalables à la valorisation en agriculture.
NF EN 16167 (10-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des biphényles polychlorés (PCB) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) et chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (CG-DCE)	Détermination quantitative, par CG-SM et CG-ECD, de sept PCB indicateurs de l'OMS dans les boues, les biodéchets traités et les sols.	Oui	Oui	En vue des contrôles réglementaires et de la valorisation agronomique.
NF EN 15308 (2008-05-01) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Détermination de polychlorobiphényles (PCB) sélectionnés dans les déchets solides, par chromatographie en phase gazeuse capillaire avec détection par capture d'électrons ou spectrométrie de masse	Détermination quantitative de sept congénères de PCB indicateurs de l'OMS dans les déchets solides, par chromatographie en phase gazeuse haute résolution avec détection par capture d'électrons ou spectrométrie de masse.	Oui	Non	Méthode peu utilisée dans les boues en raison de la prépondérance de XP X33-012. Cette méthode est similaire à la méthode par GC/EC décrite dans NE EN 16167 Un arbitrage sera à terme nécessaire.

Le risque de rupture des chroniques en cas de remplacement de XP X33-012 par NF EN 16167 dans les textes réglementaires est faible : les deux textes présentent des protocoles similaires.

Les textes européens sont à privilégier afin de faciliter les échanges au sujet des analyses de PCB. Pour l'analyse des boues, NF EN 16167 est bien adaptée mais ne présente pas de données de performances, contrairement à NF EN 15308.

La coexistence de ces deux textes dans le domaine des déchets pourrait faire l'objet d'un arbitrage de la part de CEN/TC292, sur proposition de la CN Afnor X31CD.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
EPA Method 8270C (1996) EPA SWO	Composés semi-volatils par GC/MS	Concentration en composés organiques semi-volatils dans les extraits préparés à partir de nombreux types de matrices de déchets solides, les sols, l'eau, les supports d'échantillonnage de l'air. Il s'agit d'une méthode dite "multi-résidus" qui adresse environ 300 composés organiques dont 6 mélanges de PCB ARACHLOR.	Oui	Non	Le TNSSS étant focalisé sur les composés émergents, aucune analyse de PCB n'a été réalisée. La méthode peut ne pas être assez sensible pour ces composés.
EPA Method 8082A (2000) EPA SWO	PCB par GC/ECD	Concentration en PCB dans les extraits préparés à partir de nombreux types de matrices de déchets solides, les sols, l'eau, les supports d'échantillonnage de l'air, le biote. Elle adresse 6 mélanges de PCB ARACHLOR et 19 congénères individuellement.	Oui	Oui	Tout type de contrôles.
EPA Method 8275A (1996) EPA SWO	Composés organiques semi-volatils (HAP et les PCB) dans les sols / boues et les déchets solides par extraction thermique / chromatographie gazeuse / spectrométrie de masse (TE / GC / MS)	Dosage de 18 HAP et 19 PCB sur des sols, des boues et des déchets par CG/MS après désorption thermique à 340° C	Oui	Oui	Méthode rapide mais peu souvent employée en raison d'une mauvaise reproductibilité sur les HAP. Peut constituer un essai d'orientation, mais délaissée au profit de 8270C

La méthode EPA 8270C décrit un protocole similaire aux protocoles de spectrométrie de masse décrits dans les normes NF EN 16167 et NF EN 15308, la méthode EPA 8270C un protocole similaire aux protocoles de GC/ECD décrits dans les normes NF EN 16167, XP X33-012 et NF EN 15308.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
XP X33-012 (03-2000) CEN/TC 308 Boues	Caractérisation des boues - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et des polychlorobiphényles (PCB)	Extraction, de purification et de détermination des HAP et PCB présents dans les boues	Oui	Oui	En vue des contrôles préalables à la valorisation en agriculture. Pour ce qui concerne les HAP, la méthode HPLC/FLD décrite est identique à celle décrite par XP CEN/TS 16181. Le statut actuel de cette dernière n'impose pas d'arbitrage rapide.
NF EN 15527 (10-2008) CEN/TC 292 Déchets	Caractérisation des déchets - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les déchets par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CG/SM)	Dosage de 16 (HAP) : méthode par chromatographie en phase gazeuse couplée à une détection par spectrométrie de masse (CG- MS).	Oui	Oui	Méthode peu utilisée dans le domaine des boues en raison de la prépondérance de XP X33-012.
PR XP CEN/TS 16181 (01-2011) CEN/TC 400 Horizontal	Boue, bio-déchets traités et sols - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie en phase gazeuse et chromatographie liquide à haute performance	Dosage de 16(HAP) dans les boues et les bio-déchets traités, faisant appel à des méthodes CG/SM et CLHP- UVDAD/FLD	Oui	Oui	Les données de performances sont faibles en raison d'une population restreinte qui n'a pas permis une analyse pour chaque méthode, d'où le classement en TS. Méthode identique à la méthode HPLC/FLD décrite par XP X33-012.

La norme expérimentale PR XP CEN/ TS 16181 (janvier 2011) (HAP) est en attente de publication définitive en raison d'un exercice de validation restant à finaliser.

En cas de nécessité de prescription réglementaire d'une méthode d'analyse, les textes européens sont à privilégier afin de faciliter les échanges. En effet, les trois textes comprennent les deux principales routes analytiques employées actuellement par les laboratoires. Les risques de rupture des chroniques en cas de changement de méthode officielle est faible car PR XP CEN/TS 6181 comprend les deux principales routes analytiques employées actuellement par les laboratoires et décrites par XP X33-12 et NF EN 15527. Il est donc peu probable qu'un laboratoire modifie sa pratique en raison de la préconisation de la norme horizontale.

En revanche, en cas de changement de laboratoire prestataire, si des déviations sont observées dans les chroniques, il y aura lieu d'apporter une attention particulière à la maîtrise des méthodes employées.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
EPA Method 8270C (1996) EPA SWO	Composés semi-volatils par GC/MS	Concentration en composés organiques semi-volatils dans les extraits préparés à partir de nombreux types de matrices de déchets solides, les sols, l'eau, les supports d'échantillonnage de l'air. Il s'agit d'une méthode dite "multi-résidus" qui adresse environ 300 composés organiques dont 18 HAP.	oui	oui	Dans le cadre du TNSSS, pour le dosage de : Benzo[a]pyrène Méthyl,2-naphtalène Fluoranthène Pyrène, après extraction en phase solvant (Soxhlet, extraction pressurisée ou supercritique) et purification de l'extrait par chromatographie d'exclusion stérique.
EPA Method 8310 (1986) EPA SWO	HAP	Dosage de 16 HAP par HPLC avec détection UV et par fluorescence dans l'eau et les déchets après extraction au dichlorométhane. Purification optionnelle à l'aide de gel de silice.	Oui	Non	Méthode adaptée à de nombreuses utilisations nécessitant la connaissance de la concentration d'un échantillon en HAP
EPA Method 8275A (1996) EPA SWO	Composés organiques semi-volatils (HAP et les PCB) dans les sols / boues et les déchets solides par extraction thermique / chromatographie gazeuse / spectrométrie de masse (TE / GC / MS)	Dosage de 18 HAP et 19 PCB sur des sols, des boues et des déchets par CG/MS après désorption thermique à 340° C	Oui	Oui	Méthode rapide mais peu souvent employée en raison d'une mauvaise reproductibilité sur les HAP

La méthode EPA 8270C et les méthodes d'extraction proposées en combinaison est globalement congruente avec les normes européennes utilisant la spectrométrie de masse. En revanche, le mode de purification de l'extrait par chromatographie d'exclusion stérique est peu utilisé en Europe où la purification par chromatographie d'affinité sur gel de silice ou alumine lui est en général préférée pour des raisons d'équipement. Elle reprend les principales étapes décrites dans la norme NF EN 15308.

La méthode EPA 8310 est similaire aux méthodes décrites dans les normes NF EN 16167, XP X33-012.

Autres paramètres organiques

Les tableaux qui suivent regroupent des méthodes, expérimentales pour la plupart, développées en réponse à des problématiques non réglementaires en France pour les boues, mais réglementaires dans d'autres états membre ou d'autres milieux, par exemple dans les eaux au titre de la DCE.

Les commentaires qui peuvent être apportés dans chaque cas sont introduits dans la colonne "utilisation". Certaines méthodes, déjà citées, apparaissent une nouvelle fois ici en raison de la présence d'un commentaire.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
NF EN 16166 (10-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des composés organiques halogénés adsorbables (AOX)	Dosage global des composés organiques contenant du chlore, du brome et de l'iode (mais pas de fluor) adsorbés sur et inclus dans la matrice de l'échantillon. Les composés organiques halogénés non volatils adsorbables sur charbon actif, présents dans la phase aqueuse de l'échantillon avant le séchage ou adsorbés sur la surface de l'échantillon sont inclus dans la détermination.	Oui	Oui	Le protocole est destiné à l'analyse des boues, des bio-déchets traités ou des sols dont les concentrations sont comprises entre 5 mg/kg de matière sèche et environ 6 g/kg de matière sèche. La gamme exacte de concentrations couverte dépend de l'appareillage utilisé pour la détermination. Il peut constituer un essai d'orientation avant le dosage de composés organique halogénés.
DIN 38414-17 (1999) DIN	Caractérisation des boues et sédiments – détermination des composés halogénés organiques extractibles et entraînés (EOX)	Dosage global des composés organiques contenant du chlore, du brome et de l'iode (mais pas de fluor) aisément libérables par entraînement gazeux ou lixiviation.	Oui	Oui	peut constituer un essai d'orientation pour l'évaluation du relargage de composés organique halogénés par lixiviation.
XP CEN/TS 16189 (03-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des alkylbenzènesulfonates linéaires (LAS) par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection par fluorescence (FLD) ou détection sélective de masse (SM)	Détermination des alkylbenzènesulfonates linéaires (LAS) dans les boues, les biodéchets traités et les sols par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) avec détection par fluorescence (FLD) ou détection par spectrométrie de masse (SM).	Oui	Oui, mais CVR très important en raison du manque de pratique des participants	La caractérisation de performance devra être renouvelée avant tout emploi réglementaire, qui n'est pas à l'ordre du jour aujourd'hui.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
XP CEN/TS 16190 (03-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des dioxines et furanes et polychlorobiphényles de type dioxine par chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse à haute résolution (CG-SMHR)	Détermination quantitative de 17 polychlorodibenzo-p-dioxines et polychlorodibenzofuranes substitués par des atomes de chlore en 2,3,7,8 et de polychlorobiphényles de type dioxine dans les boues, les biodéchets traités et les sols.	Oui	Oui	Méthodes de purification chromatographique sur colonne et d'analyse par chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse haute résolution (CG/SMHR), similaire aux méthodes réglementaires concernant les eaux, par exemple. Présentant le protocole de calcul du TEF, cette méthode pourrait être utilisée dans le cadre réglementaire.
EPA Method 8290 (1994) EPA SWO	PCDDs et PCDFs par HRGC/HRMS	Détermination quantitative de 17 polychlorodibenzo-p-dioxines et polychlorodibenzofuranes substitués par 4 à 8 atomes de chlore dans les eaux, boues, sédiments, cendres, biotes et sols.	Oui Boues industrielles	Non	Les dioxines ne sont pas citées dans le Clean Water Act, non plus que cette méthode dans les répertoires de méthodes relatives aux biosolides, en particulier dans le cadre du NPDES ou du TNSSS.
NF EN ISO 22032 (05-2009) ISO/TC147 Eaux	Qualité de l'eau - Dosage d'une sélection d'éthers diphenyliques polybromés dans des sédiments et des boues d'épuration - Méthode par extraction et chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse	dosage d'une sélection d'éthers diphenyliques polybromés (PBDE) (comprenant ceux de la DCE) dans les sédiments et les boues, par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CG/SM) avec ionisation par impact électronique (EI) ou ionisation chimique négative (NCI)	Oui	Oui	Elaborée en réponse à la DCE car les PBDE, peu solubles dans l'eau, sont susceptibles de s'accumuler dans les MES et les sédiments. Bonne applicabilité aux boues.
EPA Method 1814 (2007) EPA SWO	PBDEs dans l'eau, le sol, les sédiments, les boues et le biote HRGC/HRMS	dosage de l'ensemble des 209 éthers diphenyliques polybromés (PBDE) dans les eaux, les sédiments, les boues, et le biote par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (HRCG/HRSM) haute résolution avec ionisation par impact électronique (EI).	Oui	Non	Méthode semblable à la précédente. Néanmoins, l'emploi exclusif de l'ionisation par impact électronique, si elle permet d'accéder à l'ensemble des 209 congénères, nécessite l'utilisation d'un détecteur à haute résolution, ce qui rend la maîtrise métrologique de l'ensemble lourde (Cf. dioxines). Méthode qui serait peu productive dans le cadre de la surveillance selon les critères actuels.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
XP CEN/TS 16183 (03-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination de certains phtalates par chromatographie en phase gazeuse capillaire avec détection par spectrométrie de masse (CG-SM)	détermination de certains phtalates (dont le DEHP , DCE) dans les boues, les biodéchets traités et les sols, après extraction et analyse par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse.	OUI	OUI pour le DEHP	La méthode est applicable pour la détermination de phtalates linéaires C1 à C11 à la plus faible teneur massique de 0,1 mg/kg à 0,5 mg/kg (exprimée en teneur en matière sèche), selon la substance individuelle. L'applicabilité de la méthode à d'autres phtalates n'est pas exclue, à l'exception des mélanges isométriques tels que DiNP (Di-isononylphtalate), mais elle doit être vérifiée dans chaque cas.
EPA Method 8270D (1998) EPA SWO	Composés semi-volatils par GC/MS	Concentration en composés organiques semi-volatils dans les extraits préparés à partir de nombreux types de matrices de déchets solides, les sols, l'eau, les supports d'échantillonnage de l'air. Il s'agit d'une méthode dite "multi-résidus" qui adresse environ 300 composés organiques dont 6 phtalates en majorité linéaires.	oui	oui	Dans le cadre du TNSSS, pour le dosage du DEHP (APA 8270C).
XP CEN/TS 16182 (03-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des nonylphénols et nonylphénol-mono- et di-éthoxylates par chromatographie en phase gazeuse avec détection sélective de masse (GC-MS)	dosage des nonylphénols (NP), des nonylphénol monoéthoxylates (NP1EO) et des nonylphénol diéthoxylates (NP2EO) dans les boues, les biodéchets traités et les sols par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse (CG-SM), en lien avec la DCE	Oui	Oui, mais CVR très important en raison du manque de pratique des participants	La caractérisation de performance devra être renouvelée avant tout emploi réglementaire, qui n'est pas à l'ordre du jour aujourd'hui
NF EN ISO 23161 (10-2011) ISO/TC190 Sols	Qualité du sol - Dosage d'une sélection de composés organostanniques - Méthode par chromatographie en phase gazeuse	quantification des composés organostanniques (OTC) (comprenant ceux de la DCE) dans les sols. La méthode est également applicable aux échantillons de sédiments, de boues et de déchets	Oui	Oui	Méthode élaborée en coopération entre l'ISO TC/190 (sols) et le CEN TC/308, qui ne faisait pas partie du mandat du CEN M/330, ce qui explique qu'elle n'a pas été développée sous l'égide du CEN/TC 400 Horizontal

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
XP CEN/TS 16178 (04-2012) CEN/TC 400 Horizontal	Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des produits pharmaceutiques	identification de douze molécules appartenant aux quatre classes thérapeutiques prédominantes en France : les analgésiques/ anti-inflammatoires, les régulateurs de lipides, les bêtabloquants et les antiépileptiques . L'analyse des produits pharmaceutiques est préconisée selon une technique HPLC/MS-MS.	Oui	Non	Méthode pour analyser les composés pharmaceutiques dans les boues, les biodéchets traités et les sols élaborée sur une base documentaire. Par manque de laboratoires compétents intéressés, elle n'a pas pu être validée.
EPA Method 1694 (2007) EPA SWO	Produits pharmaceutiques et d'hygiène corporelle dans l'eau, les sédiments, les sols et les biosolides par HLPC/MS/MS	120 composés répartis en 4 groupes en fonction de leurs spécificités analytiques, présente 4 méthodes d'extractions combinées à 4 méthodes instrumentales, et implique la dilution isotopique.	Oui	Oui	Développée en réponse au CWA, elle a été validée au cours du TNSSS, mais ne figure pas dans le NPDES Biosolid reference sheet, ce qui indique que son utilisation est encore réservée à des études exploratoires
EPA Method 1698 (2007) EPA SWO	Stéroïdes et hormones dans l'eau, les sédiments, les sols et les biosolides par HRGC/HRMS	L'utilisation de la HRMS autorise la mesure de 27 hormones et stéroïdes par dilution isotopique. Les protocoles d'extraction sont classiques	Oui	Oui	Développée en réponse au CWA, elle a été validée au cours du TNSSS, mais ne figure pas dans le NPDES Biosolid reference sheet, ce qui indique que son utilisation est encore réservée à des études exploratoires

La norme expérimentale XP CEN/TS 16178 constitue la compilation des techniques employées par les laboratoires experts à la date de publication.

Les méthodes de dosage des principes actifs des médicaments sont toutes récentes. Seules les méthodes EPA ont été validées, dans le cadre d'une étude exploratoire sur les boues. Aucune d'entre elles n'est encore passée en application réglementaire.

Par rapport à la méthode européenne, qu'elle a inspirée, l'utilisation de la spectrométrie de masse haute résolution réserve de fait la méthode EPA 1698 à un nombre restreint de laboratoires.

En France, une norme expérimentale a été publiée, sous la référence XP T90-123, pour la matrice fraction aqueuse de l'eau. Les protocoles développés dans le cadre du programme AMPERES n'ont pas été publiés sous un format permettant leur comparaison.

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
EPA Method 8270D (1998) EPA SWO	Composés semi-volatils par GC/MS	Concentration en composés organiques semi-volatils dans les extraits préparés à partir de nombreux types de matrices de déchets solides, les sols, l'eau, les supports d'échantillonnage de l'air. Il s'agit d'une méthode dite "multi-résidus" qui adresse environ 300 composés organiques parmi lesquels, en plus des composés précédemment cités, des composés semi-polaires et apolaires.	Oui	Oui	Dans le cadre la surveillance réglementaire fédérale, pour le dosage de pesticides organochlorés, organophosphorés, urées substituées, phénols substitués (mais pas le nonylphénol) et dérivés d'aniline (en plus des HAP et PCB) Dans sa dernière version, la méthode 8270D ne comporte plus de méthode d'extraction prescrite, mais renvoie en fonction des matrices vers des méthodes d'extraction du thésaurus de l'EPA
EPA Method 1699 (2007) EPA SWO	Pesticides dans l'eau, les sédiments, le biote et les biosolides par HRGC/HRMS	Dosage de pesticides organochlorés, organophosphorés, triazines, et pyrèthrenoïdes. La description du mode opératoire met l'accent sur la nécessité d'appliquer une extraction classique en raison de l'hétérogénéité des boues.	Oui	Oui	Développée en réponse au CWA, elle a été validée au cours du TNSSS, mais ne figure pas dans le NPDES Biosolid reference sheet, ce qui indique que son utilisation est encore réservée à des études exploratoires
EPA Method 8081B (2000) EPA SWO	Pesticides organochlorés par GC	Dosage de pesticides organochlorés par GC/ECD, dans des matrices solides et liquides, après mise en œuvre d'une extraction adaptée	Non explicite	Oui	Méthode équivalente pour l'eau à ISO 6468. La méthode d'extraction pour les boues est le Soxhlet. Une confirmation de l'identité des analytes par SM est souvent nécessaire

Référence	Titre	Paramètre	Boues dans le domaine d'application	Données de caractérisation pour les boues	Utilisation
DIN 38414-19 (1999) DIN	Boues et sédiments – mesure des acides organiques volatils.	La mesure des acides gras volatils est réalisée par colorimétrie après lixiviation et entraînement à la vapeur	oui	Document non accessible	Paramètre utilisé pour le suivi d'exploitation des fermenteurs de boues.
NEN 6682 (1996) NEN	Boues - Détermination titrimétrique des acides gras volatils et semi volatils.	teneur en acides gras volatils dans la boue digérée, exprimée en acide acétique.	Oui	Document non accessible	Similaire à DIN 38414-19 et EPA 8260B
EPA Method 8260B (2000) EPA SWO	Composés organiques volatils (COV) par GC/MS	Dosage de plus d'une centaine molécules volatils dans des matrices très variée. Le protocole d'extraction est à adapter à chaque matrice.	Oui	Non	En combinaison avec une extraction par balayage dynamique de l'espace de tête, en vue du contrôle réglementaire aux USA pour l'application du règlement 503 dans le cadre du NPDES
EPA Method 9071B (1998) EPA SWO	Matières extractibles à l'hexane sur boues, sédiments et échantillons solides	Méthode classique d' extraction à l'hexane visant les hydrocarbures peu volatils , les huiles végétales , les graisses animales et autres, les cires , les savons , et les matières similaires.	Oui	Oui	Remplace une méthode utilisant le fréon, pour l'évaluation de la charge en matière grasse des boues, avant incinération.
DIN 38414-9 (1986) DIN	boues et sédiments (groupe S) ; dosage de la demande chimique en oxygène (DCO)	Document non accessible (il est possible que cette méthode ne s'applique qu'aux sédiments)	Oui	Document non accessible	Document non accessible
NEN 6633 (2006) NEN	Eaux usées et Boues dépuration – détermination de la DCO	Mesure de DCO classique semblable à la méthode française.	Oui	Document non accessible	Document non accessible. Toutefois, la mesure de la DCO sur des boues n'est pas courante

Notons la tentative infructueuse de développement d'un texte sur la présence de composés perfluorés dans les boues, avortée aussi bien au DIN qu'au CEN/TC 308.

5. CONCLUSION

La caractérisation de la qualité des boues a fait l'objet du développement de protocoles normalisés analytiques variés essentiellement en réponse aux obligations réglementaires pour le réemploi des boues et la protection de l'environnement.

La variété des règlements ainsi que l'autonomie d'organisation des organismes producteurs de méthodes de référence a conduit à une production importante de méthodes dédiées dont certaines sont identiques dans leur principe et leurs présentations, et d'autres tirant leur originalité du regroupement propre à chaque pays de paramètres différents.

Le programme HORIZONTAL, qui s'est déroulé de 2003 à 2006, avait pour but d'élaborer des normes européennes horizontales et harmonisée dans le domaine des boues, les sols et de traiter le sujet des biodéchets. L'objectif était de faciliter l'application transversale des règlements et la prise de décisions relatives aux différents usages et l'élimination régie par les directives européennes. Il en est résulté en 2012-2013 la publication par le CEN/TC 400 d'un ensemble de normes aptes à remplacer les différents textes nationaux ou européens dédiés à un secteur unique. Le bureau central du CEN n'a toutefois pas souhaité forcer la dernière étape du processus, à savoir le remplacement obligatoire des normes mono-sectorielles par ces nouveaux textes. Une étape d'identification des doublons et de décision quant à leur devenir est actuellement en cours. On peut d'ores et déjà signaler que les principaux acteurs s'accordent sur le fait que la partie analyse instrumentale des protocoles sera mutualisable quelle que soit la matrice, mais que la partie prélèvement restera spécifique.

Quant à la préparation de l'échantillon, aucune systématique ne se dégage et un examen individuel de chaque couple paramètre/matrice est indispensable. L'examen des documents de prescription technique de l'EPA conduit à des conclusions similaires. Néanmoins, en cas de nécessité de prescription réglementaire d'une méthode d'analyse, les textes européens sont à privilégier afin de faciliter les échanges.

A l'heure actuelle, les besoins réglementaires (8 métaux, HAP, 7 PCBs indicateurs de l'OMS et dioxines dans certains cas) sont couverts par des méthodes fiables, et le développement normatif peut être considéré comme légèrement en avance sur les besoins réglementaires, en raison de la stagnation de la révision des Directives cadre boues, sols et déchets. Cette stagnation a eu pour effet en Europe dans les trois dernières années de ralentir considérablement les travaux prospectifs pour la publication de méthodes de caractérisation des boues en routine. L'investigation de substances émergentes est actuellement couverte par des programmes de recherche (AMPERES ARMISTIQ, ECHIBIOTEB), mais peu de méthodes sont pour l'heure validées au sens du contrôle réglementaire.

La prise en compte des méthodes EPA permet de compléter ce dispositif et rend possible la réalisation d'éventuelles opérations de caractérisation à large échelle comparables à l'étude exploratoire menée en 2012 et 2013 sur les eaux environnementales, ou encore à l'opération RSDE.