

# Effet et arrière-effet de l'épandage de boues urbaines conditionnées à la chaux et au chlorure ferrique sur la teneur en métaux lourds d'un maïs

Jean-Louis MOREL, Jean-Claude PIERRAT (\*) & Armand GUCKERT

*Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires, I.N.R.A., Phytotechnie, 2, avenue de la Forêt de Haye, F 54500 Vandœuvre*

*(\*) I.N.R.A., Station de Biométrie, Centre de Recherches forestières, Champenoux, F 54280 Seichamps*

## RÉSUMÉ

Des boues d'épuration urbaines chargées en métaux lourds ont été épandues à différentes époques et à différentes doses sur un dispositif expérimental de plein champ en vue d'apprécier leur valeur agronomique. Cinq ans après le premier épandage de boues, on a suivi l'évolution de la composition minérale de cultures de maïs ensilage durant 3 années consécutives. A ce stade, le plan expérimental comportait 10 niveaux d'apport de boues allant de 0 à 340 t de matière sèche par hectare.

La composition des grains de maïs a été peu modifiée par les boues. En revanche, les concentrations des feuilles en cadmium, cuivre et zinc ont augmenté avec la dose, celles en fer et manganèse diminué, tandis que celles en plomb et nickel n'ont pas été affectées. Ces concentrations ont évolué d'une culture à l'autre. Elles n'étaient plus significativement différentes du témoin après 3 années. L'extraction du cuivre et du cadmium du sol par DTPA a donné une prévision correcte de leur concentration dans les feuilles du maïs récolté la 1<sup>re</sup> année de l'expérience.

**Mots clés additionnels :** *Cd, Cu, Pb, Zn, plein champ, biodisponibilité, DTPA.*

## SUMMARY

*Effect of a lime and ferric chloride-treated urban sewage sludge on the concentration of some heavy metals in corn.*

An 8-year field experiment was conducted to determine the fertilizing properties of a lime and ferric chloride-treated urban sludge. This paper examines the absorption of some heavy metals by three successive corn crops grown 5 years after the first sludge application. At the time of the experiment, the total quantity of sludge delivered to the soil plots varied from 0 to 340 t dry matter per ha, and no additional sludge was applied during the 3 years. Metal assays were performed on both grain and leaves. Sludge applications had no significant effect on the metal composition of grain. However, in leaves, concentrations of cadmium, copper and zinc increased while that of iron and manganese decreased. Effects were usually minimal for leaves by the third corn harvest. The extraction of soil heavy metals using DTPA yielded mixed results, and only provided good estimates for two metals (cadmium and copper) during the first year of the study.

**Additional key words :** *Cd, Cu, Pb, Zn, natural conditions, nutrient availability, DTPA.*

## I. INTRODUCTION

L'épandage agricole des boues d'épuration urbaines s'est considérablement développé durant la dernière décennie. L'intérêt agronomique des boues réside essentiellement dans leur teneur en azote et en phosphore (LUNT, 1953 ; COKER, 1966 ; HINESLY & SOSEWITZ, 1969 ; JUSTE & SOLDA, 1979 ; GUCKERT & MOREL, 1979). En contrepartie, ces matériaux d'origine urbaine peuvent contenir des concentrations éle-

vées en éléments normalement présents à l'état de traces dans les sols agricoles (Cd, Cu, Ni, Pb, Zn...). Or, une absorption importante de ces éléments par les végétaux peut être responsable de perturbations physiologiques au niveau de chacun des maillons des chaînes alimentaires et surtout au niveau du maillon final, l'homme.

La réponse des plantes aux métaux lourds apportés par les boues apparaît très disparate selon les expérimentations. Elle dépend des conditions de sol, des

techniques culturales adoptées et surtout de la nature de la boue dont les propriétés varient en fonction de l'origine des eaux usées et des filières de traitement adoptées dans les stations d'épuration (WILLIAMS, 1975 ; HINESLY *et al.*, 1977 ; JUSTE & SOLDA, 1979 ; SOON *et al.*, 1980 ; KIEKENS *et al.*, 1984).

Dans un travail antérieur nous avons suivi le devenir dans le sol de métaux lourds apportés par des boues urbaines conditionnées à la chaux et au chlorure ferrique (MOREL & GUCKERT, 1984). Nous avons constaté que la solubilité des métaux lourds dans DTPA (acide diéthylène penta-acétique) augmentait après un épandage de boues mais diminuait par la suite, traduisant un passage des éléments sous des formes chimiques moins solubles que les formes initiales.

Afin de savoir si ces changements de solubilité avaient une influence sur la composition des cultures, nous avons complété les observations effectuées au niveau du sol, par un suivi analytique d'une culture de maïs ensilage. Les données ainsi recueillies ont été reliées à celles acquises au niveau du sol afin d'examiner les possibilités de prévision du transfert sol-plante des métaux lourds apportés par les boues d'épuration.

## II. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Le dispositif expérimental de plein champ a été installé en 1974 sur un sol développé sur une couverture de limons. Le plan d'expérience comprend 40 parcelles permettant de répéter 4 fois l'application de 10 traitements. Chaque traitement correspond à une quantité totale de boues allant de 0 à 340 t de matière sèche par hectare, épandues depuis le début de l'expérience. Des épandages ont été effectués en 1974, 1975, 1976 et le dernier en 1979. Les boues proviennent de la station d'épuration de la communauté urbaine de Nancy où elles sont digérées en anaérobiose, floculées à la chaux et au chlorure ferrique et déshydratés avant d'être évacuées. Elles contiennent en moyenne 21,7 p. 100 de matière sèche, 15 p. 100 de carbone et respectivement 27, 390, 360, 100, 580 et 2 180 p.p.m. de cadmium, cuivre, manganèse, nickel, plomb et zinc. Différentes cultures se sont succédées : ray-grass, betterave, blé, orge et enfin maïs. Le maïs (var. LG 11) a été cultivé durant 3 années consécutives (1979-1981) à partir du dernier apport de boues (1979). Le suivi analytique a porté sur les feuilles et les grains des 3 récoltes.

Les échantillons végétaux ont été lavés, séchés à 80 °C puis finement broyés avant l'analyse des paramètres suivants : azote total (méthode de Kjeldahl), phosphore total (minéralisation par voie sèche et dosage colorimétrique : vanadomolybdate d'ammonium), cations (Ca, Cd, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Ni, Pb) par minéralisation à chaud sous colonne à reflux de 2,5 à 5 g de poudre végétale dans l'eau régale et dosage de la solution par absorption atomique (GOMEZ, 1975).

Le nombre important de données acquises, tant au niveau du végétal que du sol, nous a conduits à effectuer un traitement par l'analyse en composantes principales offrant une vision globale de l'ensemble des données. L'influence des variables « dose totale de boues épandues » et « temps de séjour des boues dans

le sol » a été testée par l'analyse de variance. Les moyennes ont été classées selon la méthode de DUNCAN relative à la plus petite amplitude significative (DAGNELIE, 1970). La technique de régression multiple a été utilisée pour rechercher des équations de prévision de la composition du maïs en fonction de variables explicatives du sol telle que la quantité de métaux lourds extraite du sol par le DTPA selon la méthode LINDSAY & NORVELL (1978) présentée et discutée dans le précédent travail (MOREL & GUCKERT, 1984). Les traitements statistiques ont été conduits à l'aide de la programmation d'AMANCE (BACHACOU *et al.*, 1981).

## III. RÉSULTATS

### A. Composition des grains de maïs

L'analyse de variance effectuée sur les données de la 1<sup>re</sup> récolte de grains (1979) ne révèle de différences significatives entre traitements que pour le taux d'azote (tabl. 1). Les concentrations en calcium, cadmium et fer des grains ont néanmoins tendance à s'accroître sous l'influence des boues. Les années suivantes, l'effet azote des boues s'est atténué.

TABLEAU 1

*Analyse des grains de maïs de la 1<sup>re</sup> récolte pour les traitements témoins et 340 t MS par ha.*

*Chemical content analysis of corn grain harvested from the control plot and from the plot receiving 340 t DM per ha after the first year.*

	N	K	Ca	Mg	Fe	Mn	Cu	Zn	Cd
	----- p. 100 -----					p.p.m. -----			
Témoin	1,2*	4,3	0,27	0,9	37	7,2	1,9	26	traces
340	1,8*	4,1	0,37	0,8	49	6,0	2,0	26	0,14

\* Différence significative au niveau 5 p. 100.

### B. Composition des feuilles

#### 1. Analyse de la première récolte (1979)

L'analyse en composantes principales conduite pour 5 variables mesurées sur 40 échantillons foliaires montre une nette discrimination des traitements expérimentaux (fig. 1a). L'action des boues sur la composition des feuilles du maïs est donc particulièrement marquée. L'axe 1 est porteur de 56 p. 100 de l'inertie totale du nuage de points. Il paraît correspondre à un axe « dose de boues » le long duquel les différents traitements se répartissent sensiblement dans l'ordre, le traitement 340 t MS par ha se détachant nettement de l'ensemble. Cet axe est fortement et positivement corrélé avec les concentrations en cuivre, cadmium et zinc et négativement avec la concentration en fer. Le cercle des corrélations axes factoriels/variables est présenté figure 1a. Les fortes applications de boues

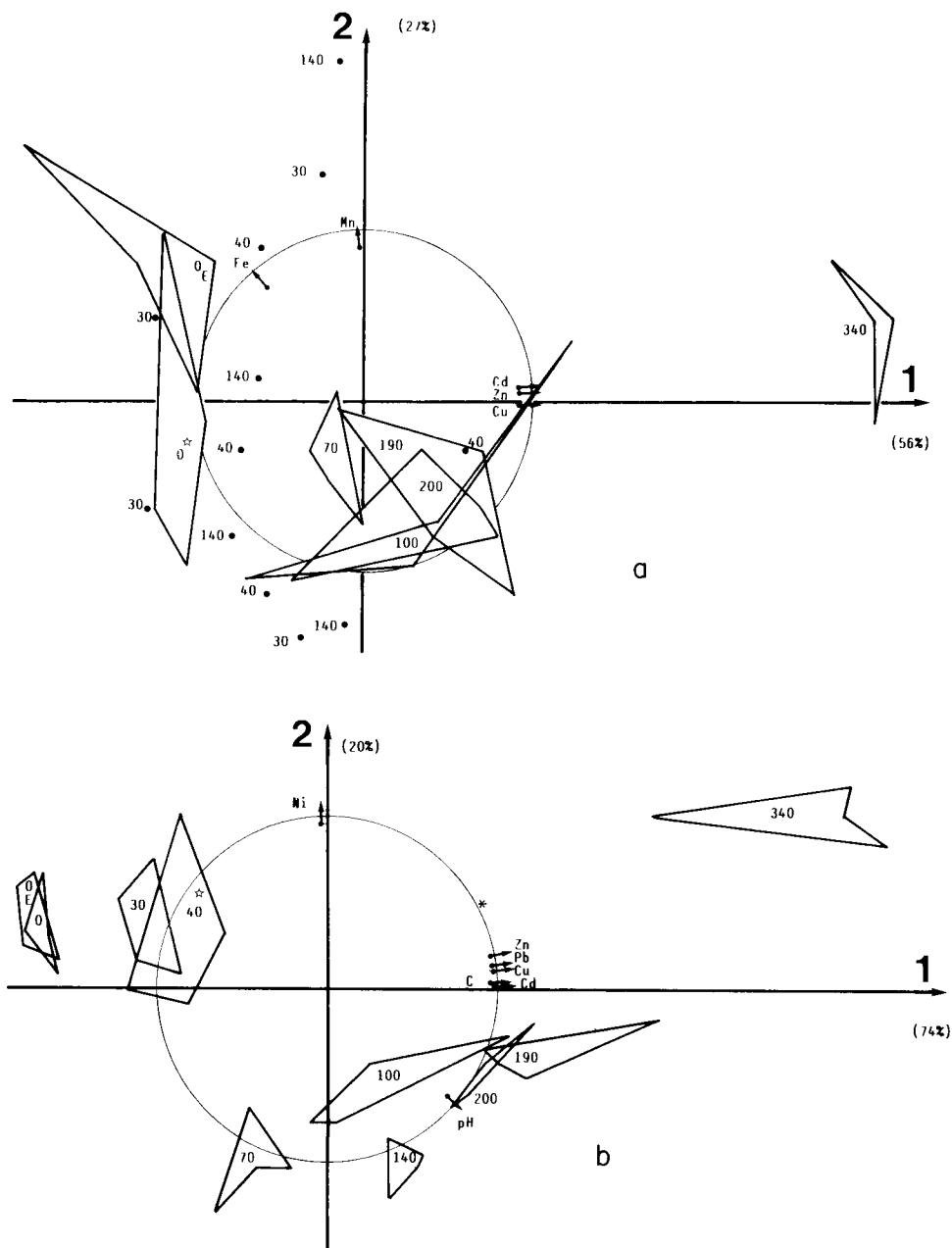


Figure 1

Analyse des données de la 1<sup>re</sup> récolte après l'épandage de boues : projection du nuage de points sur le plan d'axes 1 et 2 par analyse en composantes principales. (a) Feuilles de maïs (5 variables : Cd, Cu, Fe, Mn, Zn ; 40 observations). (b) Métaux lourds du sol (7 variables pH, C, Cd-, Cu-, Ni-, Pb-, Zn-DTPA ; 40 observations). Les parcelles ayant reçu une même dose de boues sont reliées entre elles. Les valeurs correspondent à la dose en t par ha. OE est un traitement sans boues mais avec une fertilisation minérale. Les flèches indiquent la position des variables par rapport au cercle des corrélations.

Analysis of data of the first harvest following the last application of sludge using principal component analysis : projection onto the first and second principal axes. (a) Corn leaves (5 parameters : Cd, Cu, Fe, Mn, Zn ; 40 observations). (b) Soil (7 parameters pH, C, Cd-, Cu-, Ni-, Pb-, Zn-DTPA ; 40 observations). Replicates of each treatment are linked by the same line. Values correspond to the total sludge application expressed as tons dry matter per ha. OE is a control with mineral fertilization. Arrows indicate the position of the variables on the correlation circle.

ont donc augmenté les teneurs des feuilles en cuivre, cadmium et zinc et diminué celles en fer. L'axe 2 est corrélé avec les concentrations en fer et manganèse des feuilles. Le nuage global présente une forme en croissant dont les extrémités sont occupées par les témoins et le traitement 340 t MS ha<sup>-1</sup>.

Le traitement des données relatives à l'analyse de sol (pH, taux de carbone, métaux extractibles par le DTPA ; MOREL & GUCKERT, 1984) permet une plus nette distinction des traitements, notamment sur l'axe 1 (fig. 1b).

On voit donc que sur un plan descriptif le facteur traitement explique la variabilité à la fois entre feuilles et entre parcelles. Ceci a été conforté par une analyse des corrélations canoniques dans laquelle le 1<sup>er</sup> couple de variables canoniques est très significatif et s'identifie avec les 1<sup>res</sup> composantes principales. D'ailleurs, avec les données analytiques de la 1<sup>re</sup> récolte (tabl. 2), on retrouve l'effet très net de la plus forte dose de boues qui paraît donc favoriser le transfert des métaux comme le cuivre, le cadmium et le zinc dans le maïs.

TABLEAU 2

Composition en métaux des feuilles de maïs de la 1<sup>re</sup> récolte.  
Metal composition of corn leaves collected from the first harvest.

Dose de boues* (t MS/ha)	0	30	40	70	100	140	190	200	340
	----- p.p.m. dans la matière sèche -----								
Cuivre	9	11,6	12,6	13,8	15,4	12,2	16,3	15,4	19,9
Cadmium	0,35	0,38	0,44	0,37	0,58	0,60	0,64	0,56	1,42
Fer	420	445	394	350	294	476	314	264	270
Manganèse	106	100	96	95	87	93	86	86	116
Zinc	30	28	43	45	45	37	46	51	115

\* Dose totale appliquée depuis l'implantation du dispositif expérimental (1974-1979).

## 2. Evolution lors des trois cultures de maïs successives

L'analyse en composantes principales réalisée à partir des données de l'ensemble des 3 récoltes (8 variables, Ca, Cd, Cu, Fe, K, Mg, Mn, N, observées sur 120 individus) distingue bien chacune des 3 années. Celles-ci se répartissent le long de l'axe principal 1 (40 p. 100 de l'inertie) représentant alors un axe « temps » (fig. 2a). Les variables Fe et Mn sont corrélées positivement avec cet axe, tandis que la corrélation est négative pour Cu, N et surtout K, Ca et Mg. La composition du maïs évolue donc avec le temps de séjour des boues dans le sol. Alors que s'allonge la période séparant la date d'épandage de celle de la mesure, les concentrations des feuilles en calcium, magnésium et potassium cuivre diminuent, et celles en fer et manganèse augmentent.

On peut apprécier l'évolution de l'effet des boues sur la composition du maïs en examinant la forme des différents nuages. Chacun d'eux présente une conformation plus ou moins allongée. L'axe principal est approximativement dans la direction des variables N, K, Cu et Cd. Le nuage le plus étiré correspond à la 1<sup>re</sup> année. Les années suivantes la distribution des individus au sein du « sous-nuage » est plus aléatoire et de moins en moins conforme aux doses de boues épanchées sur le sol. On peut donc considérer que la composition des feuilles récoltées sur les différentes parcelles est d'autant moins dépendante des doses que le temps de séjour des boues dans le sol est élevé. L'évolution individuelle de la concentration de 3 métaux, donnée dans le tableau 3, confirme la nette diminution de l'influence des boues sur la composition des feuilles 3 ans après le dernier épandage de boues.

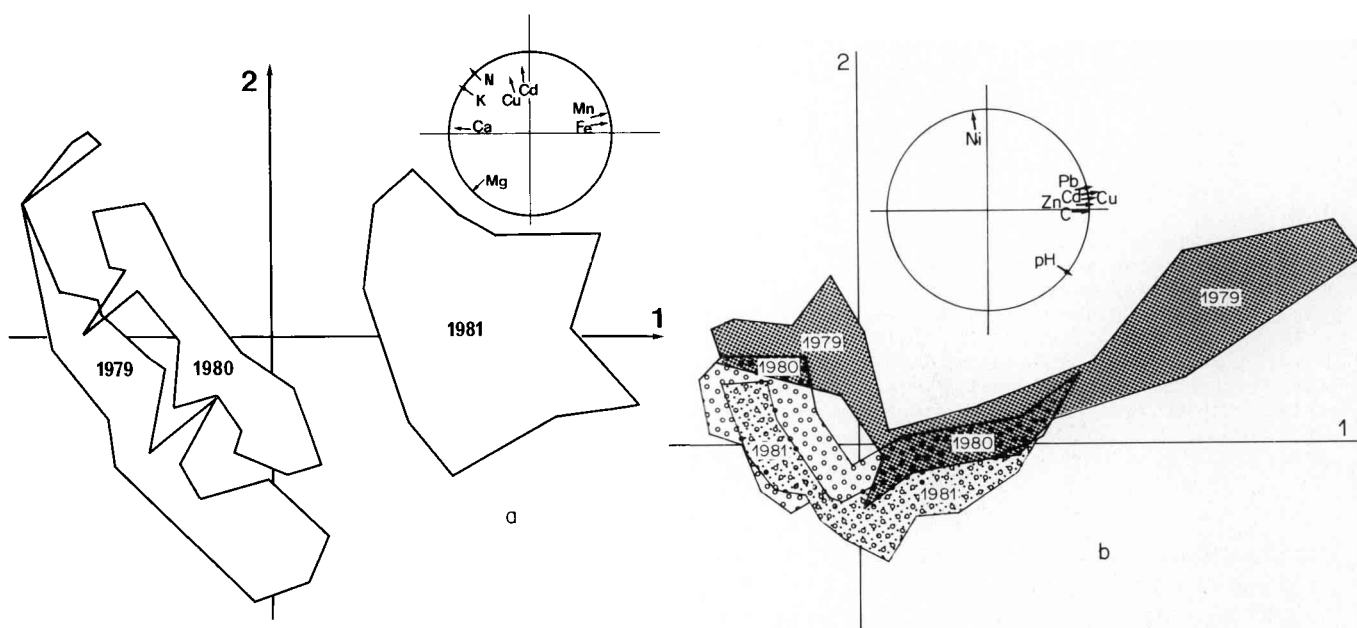


Figure 2

Evolution de la composition des feuilles du maïs durant les 3 années de culture : analyse en composantes principales des données recueillies aux récoltes de 1979, 1980 et 1981. (a) Feuilles du maïs (8 variables : N, K, Ca, Mg, Cd, Cu, Fe, Mn ; 120 observations). (b) Sol (7 variables, pH, C, Cd-, Cu-, Ni-, Pb-, Zn-DTPA ; 120 observations tous traitements confondus). Les différentes observations d'une même année sont reliées entre elles. Les flèches indiquent la position des variables par rapport au cercle des corrélations.

Changes occurring in corn leaf and soil compositions during three consecutive crops : data collected from 1979, 1980 and 1981 harvests analysed using principal component analysis (projection onto the first and second principal axes). (a) Leaves (8 parameters : N, K, Ca, Mg, Cd, Cu, Fe, Mn ; 120 observations). (b) Soil (7 parameters pH, C, Cd-, Cu-, Ni-, Pb-, Zn-DTPA ; 120 observations). Observations of each year are linked by the same line. Arrows indicate the position of the variables on the correlation circle.

TABLEAU 3

Evolution de la concentration de 3 métaux dans les feuilles de maïs en fonction de la date de la culture.

Change in the metal concentration of corn leaves according to the date of harvest.

Année de culture	Témoin	40*	340
		----- MS boues ha <sup>-1</sup> -----	
----- p.p.m. dans la matière sèche -----			
Zn 1979	33	43	115
1980	43	53	58
1981	51	42	55
Cu 1979	9,3	12,6	19,9
1980	7,3	8,9	13,6
1981	8,1	8,5	16,2
Cd 1979	0,34	0,44	1,42
1980	0,70	0,98	0,85
1981	0,62	0,79	0,73

\* Dose totale de boues épandue depuis l'implantation du dispositif (1974-1979).

Une analyse en composantes principales réalisée avec les mêmes variables mesurées sur le sol permet de distinguer également 3 sous-nuages correspondant chacun à une année (fig. 2b). Les axes 1 et 2 ont la même signification que pour les feuilles et sont porteurs respectivement de 68 et 19 p. 100 de l'inertie totale. D'une année à l'autre, on assiste aussi à un remarquable changement de la forme des nuages qui tendent à se comprimer, confirmant l'évolution globale du dispositif vers une homogénéisation et un retour à l'état initial.

### 3. Relations entre la solubilité des métaux lourds du sol dans DTPA et leur concentration dans les feuilles de maïs

Les coefficients de corrélation entre les teneurs de quelques éléments dans les feuilles du maïs et leur extractibilité du sol par DTPA sont reportés tableau 4. Les meilleures relations linéaires entre feuilles et sol sont obtenues pour le cuivre. Le coefficient de corré-

TABLEAU 4

Corrélations entre la concentration de certains métaux dans les feuilles de maïs et la solubilité de ces mêmes éléments du sol dans DTPA.

Correlations between metal concentrations in leaves and extractability of these metals from the soil using DTPA.

Année de récolte	Cadmium	Cuivre	Zinc
----- coefficient de corrélation -----			
1979	0,79	0,80	0,83
1980	0,28	0,79	0,23
1981	0,04	0,37	0,34

40 observations ; seuil de signification : 0,3.

lation est cependant plus faible la 3<sup>e</sup> année par rapport aux années précédentes. On a obtenu les équations de prévision suivantes :

Pour la 1<sup>re</sup> année :

$$\text{Cu feuilles} = 8,32 + 0,79 \text{ Cu-DTPA} \quad r = 0,80$$

(p.p.m.) (p.p.m.)

Pour la 2<sup>e</sup> année :

$$\text{Cu feuilles} = 6,03 + 0,83 \text{ Cu-DTPA} \quad r = 0,79$$

(p.p.m.) (p.p.m.)

Pour la 3<sup>e</sup> année :

$$\text{Cu feuilles} = 7,95 + 0,81 \text{ Cu-DTPA} \quad r = 0,37$$

(p.p.m.) (p.p.m.)

La prévision du cadmium est également bonne au moins la 1<sup>re</sup> année et peut être améliorée par une élévation au carré de la variable Cd-DTPA :

$$\text{Cd feuilles} = 0,09 + 1,81 \text{ Cd-DTPA} \quad r = 0,79$$

(p.p.m.) (p.p.m.)

$$\text{Cd feuilles} = 0,287 + 3,12 (\text{Cd-DTPA})^2 \quad r = 0,86$$

(p.p.m.) (p.p.m.)

L'emploi de la régression multiple progressive n'a pas permis de dégager de paramètre supplémentaire pour lequel le coefficient de régression soit significatif. La prise en compte de variables comme le pH et le taux de carbone organique du sol n'a conduit à aucune amélioration de la prévision. Dans un travail similaire, HAQ *et al.* (1980) avaient amélioré leurs prévisions en incluant ces variables relatives au sol et en les modifiant. Cette démarche conduit cependant à la prise en compte de combinaisons de variables dont le rôle dans les processus n'est pas toujours évident. Ici, en revanche, par une élévation au carré de la variable Cd-DTPA, on obtient une meilleure prévision de la teneur en cadmium dans les feuilles de maïs.

## IV. DISCUSSION

La valorisation agricole est une solution possible au problème de l'élimination des déchets d'origine urbaine et/ou industrielle mais elle contribue à accroître les teneurs des sols en certains éléments réputés toxiques (GODIN, 1983) entraînant ainsi le risque de contamination des chaînes alimentaires. Dans ce travail expérimental de plein champ, l'emploi de boues urbaines flocculées à la chaux et au chlorure ferrique, présentant des concentrations notables en métaux lourds, n'a pas eu de répercussions négatives sur la production quantitative d'un maïs ensilage. Les rendements se sont accrus proportionnellement aux doses de boues appliquées sur le sol (GUCKERT *et al.*, 1982).

En revanche, les analyses des organes récoltés montrent que des boues urbaines de ce type, appliquées à forte dose peuvent modifier sensiblement la composition d'un maïs ensilage.

Au niveau des organes de réserve du maïs, la contamination du sol par des métaux lourds n'a pas de conséquence notable. La limitation de la pénétration des métaux lourds dans les grains de maïs semble être un processus admis (PAGE *et al.*, 1981). Toutefois, dans certaines conditions (fortes doses de boues non flocculées et concentrées en métaux lourds) les structures de réserve du maïs peuvent accumuler des quantités nota-

bles de cadmium, nickel et zinc (JUSTE & SOLDA, 1979).

En revanche, des modifications substantielles ont été notées au niveau de la composition des feuilles du maïs. Les concentrations en cadmium, cuivre et zinc augmentent nettement sous l'effet de doses élevées de boues. Ces observations sont surtout relatives à la dose 340 t par ha ce qui laisse envisager l'existence de doses seuils dont les valeurs restent indéterminées. Certains métaux introduits dans le sol par les boues urbaines présentent donc une mobilité suffisante pour passer à l'intérieur de la plante et transiter vers les parties aériennes.

La réduction des concentrations en fer et manganèse peut correspondre à l'effet de chaulage lié à l'emploi de ce type particulier de boues. L'hypothèse de processus d'interactions antagonistes avec un ou plusieurs autres éléments, l'interaction Fe/Zn par exemple (WHITE *et al.*, 1979), n'est toutefois pas à rejeter. Eu égard à la complexité du domaine des interactions, il est délicat de tirer des conclusions définitives dans le cadre d'une expérimentation de plein champ où les facteurs impliqués sont nombreux et mal connus.

L'importance des modifications de la composition des feuilles dépend aussi du délai séparant les épandages de boues et la culture. En effet, nos observations montrent que l'effet des boues sur la qualité de la récolte s'estompe au cours du temps. Le transfert du cadmium, du cuivre et du zinc vers les parties aériennes a diminué nettement 3 ans après le dernier épandage de boues. Les métaux contractent des liaisons avec les particules solides du sol. Leur solubilité tend donc à décroître lorsque le temps de séjour de la boue dans le sol augmente (MOREL & GUCKERT, 1984). Le phénomène est toutefois moins marqué dans le cas du cuivre pour lequel les concentrations dans les feuilles sont encore élevées à la 3<sup>e</sup> récolte. La réactivité de cet élément vis-à-vis des matières organiques du sol a pu favoriser sa solubilisation au cours de la saison de végétation et par conséquent son transfert vers le végétal. Quant au redressement des concentrations en fer et manganèse, il est probablement dû à une atténuation de l'effet de chaulage par lessivage du calcium.

L'extraction par le DTPA est une méthode intéressante de simulation de la biodisponibilité des métaux lourds du sol. Initialement développée pour la détection des carences en cuivre et zinc notamment, la méthode paraît satisfaisante pour apprécier les risques de transfert sol-plante du cadmium, en accord avec les données de KORKAK & FANNING (1978), STREET *et al.* (1978), HAQ *et al.* (1980), BROWNE *et al.* (1984). Ces conclusions ne sont valables que pour la période proche de l'introduction des métaux dans le sol. En fin d'expérience, l'extraction par DTPA a tendance à surestimer les potentialités de transfert. Il convient aussi de préciser que la généralisation des équations de prévision établies dans ce travail est délicate. Elles correspondent aux conditions de sol, de culture et de boues envisagées ici.

Cette étude réalisée en plein champ a permis de montrer qu'un apport conséquent de boues urbaines conditionnées à la chaux et au chlorure ferrique peut entraîner une contamination des cultures. Ce phénomène a été observé essentiellement lors de la campagne qui suit l'épandage. Les années suivantes, l'effet des boues s'estompe en raison de l'immobilisation des métaux lourds dans le sol selon divers processus d'insolubilisation physicochimiques et biologiques.

Les risques de contamination métallique des cultures par voie racinaire peuvent être appréciés à l'aide d'extractants chimiques comme le DTPA. Néanmoins, il est nécessaire de développer les recherches destinées à une meilleure connaissance du devenir des métaux lourds dans le système sol-racine. Ces recherches, aboutissant à l'établissement de modèles descriptifs des transferts de polluants, devraient déboucher, à plus ou moins longue échéance, sur des modèles de prévision utilisables dans la majorité des situations.

Reçu le 24 novembre 1986.  
Accepté le 26 octobre 1987.

#### REMERCIEMENTS

Ce travail a fait l'objet d'une aide financière émanant du Ministère de l'Environnement et a bénéficié de la contribution technique de M. BOYER, A. M. CLAUDE, A. JEANVILLE et J. TABOURET.

#### RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Bachacou J., Masson J. P., Millier C., 1981. *Manuel de la programmation Amance*. Service de documentation de l'I.N.R.A., 516 p.
- Browne C. L., Wong Y. M., Buhler D. R., 1984. A predictive model for the accumulation of cadmium by container-grown plants. *J. Environ. Qual.*, 13, 184-188.
- Coker E. G., 1966. The value of liquid-digested sewage sludge. *J. agric. Sci. Camb.*, 67, 91-107.
- Dagnelie P., 1970. *Théories et méthodes statistiques*, tomes 1 et 2. Les presses agronomiques de Gembloux, 378 et 451 p.
- Godin P., 1983. Les sources de pollution des sols : essai de quantification des risques dus aux éléments traces. *Sci. Sol*, 2, 73-78.
- Gomez A., 1975. Analyse des métaux lourds dans les boues, les sols et les végétaux. *Note technique de la Station d'Agronomie de Pont de la Maye, I.N.R.A.*, 3 p.
- Guckert A., Morel J. L., 1979. Bilan de 5 années d'utilisation de boues résiduaires urbaines sur plantes de grande culture dans les conditions agro-climatiques lorraines, p. 269-283. In D. Alexandre & H. Ott. *First European Symposium Treatment and Use of Sewage sludge*. Ministère de l'Environnement France-C.E.E., 479 p.
- Guckert A., Kienzler L., Morel J. L., 1982. *Etude de l'action à long terme de boues résiduaires urbaines chaulées riches en métaux lourds sur les propriétés d'un sol à fort complexe absorbant et sur les productions végétales*. C. R. Contrat d'Etude n° 78-131, Ministère de l'Environnement, 66 p.
- Haq A. U., Bates T. E., Soon Y. K., 1980. Comparison of extractants for plant-available zinc, cadmium, nickel and copper in contaminated soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 44, 772-777.
- Hinesly T. D., Sosewitz B., 1969. Digested sewage sludge disposal on crop land. *J. Water Pollut. Control Fed.*, 41, 822-830.

- Hinesly T. D., Jones R. L., Ziegler E. L., Tyler J. J.**, 1977. Effects of annual and accumulative applications of sewage sludge on assimilation of zinc and cadmium by corn (*Zea mays* L.). *Environ. Sci. Technology*, 11, 182-188.
- Juste C., Solda P.**, 1979. Effets d'applications massives de boues urbaines riches en cadmium et en nickel sur une monoculture intensive de maïs, p. 372-382. In D. Alexandre & H. Ott. *First European Symposium Treatment and Use of Sewage sludge*. Ministère de l'Environnement France-C.E.E., 479 p.
- Kiekens L., Cottenie A., Van Landschoot G.**, 1984. Chemical activity and biological effect of sludge-borne metals and inorganic metal salts added to soils. *Plant Soil*, 79, 89-99.
- Korkak R. K., Fanning S. D.**, 1978. Extractability of cadmium, copper, nickel and zinc by double acid versus DTPA and plant content at excessive soil levels. *J. environ. Qual.*, 7, 506-512.
- Lindsay W. L., Norvell W. A.**, 1978. Development of a DTPA soil test for zinc, iron, manganese and copper. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 42, 421-428.
- Lunt H. A.**, 1953. The case for sludge as a soil improver. *Water and sewage works*, 100, 295-301.
- Morel J. L., Guckert A.**, 1984. Evolution en plein champ de la solubilité dans DTPA des métaux lourds du sol introduits par des épanchages de boues urbaines chaulées. *Agronomie*, 4, 377-386.
- Page A. L., Bingham F. T., Chang A. C.**, 1981. Cadmium, p. 77-109. In N. W. Lepp. *Effect of heavy metal pollution on plants*. Vol. 1. Effects of trace metal on plant function. Applied Science Publishers, London and New Jersey, 252 p.
- Soon Y. K., Bates T. E., Moyen J. R.**, 1980. Land application of chemically treated sewage sludge. III. Effects on soil and plant heavy metal content. *J. environ. Qual.*, 9, 497-504.
- Street J. J., Sabey B. R., Lindsay W. L.**, 1978. Influence of pH, phosphorus, cadmium, sewage sludge and incubation time on the solubility and plant uptake of cadmium. *J. environ. Qual.*, 7, 286-290.
- White M. C., Chaney R. L., Decker A. M.**, 1979. Differential cultivar tolerance in soybean to phytotoxic levels of soil Zn. II. Range of Zn additions and the uptake and translocation of Zn, Mn, Fe and P. *Agron. J.*, 71, 126-131.
- Williams J. H.**, 1975. Use of sewage sludge on agricultural land and the effects of metals on crops. *Wat. Pollut. Control*, 74 (6), 635-644.