

RAPPORT

Lot1 - MS3 : Étude qualité des sédiments

Campagnes 2019 et 2020 – Terminal du NAYE

REGION BRETAGNE - VILLE DE SAINT-MALO



VILLE DE
Saint-malo

CLIENT : Région Bretagne - Ville de Saint-Malo

COORDONNÉES	283, avenue du Général Patton – CS 21101 35711 RENNES cedex 7 Tél. : 02.99.27.10.10
INTERLOCUTEUR	Madame Nadège PENNORS Tél. : 02.90.09.16.06 E-mail : nadege.pennors@bretagne.bzh.fr

CREOCEAN

COORDONNÉES	4, rue Viviani – CS 26220 44262 NANTES cedex 2 Tél. : 02.51.17.82.82
INTERLOCUTEUR	Monsieur Denis VALANCE Tél. : 05 46 41 13 13 E-mail : valance@creocean.fr

RAPPORT

TITRE	Lot1 - MS3 : Étude qualité des sédiments
N° DE COMMANDE	190450
NOMBRE DE PAGES TOTAL (hors annexes)	55
NOMBRE D'ANNEXES	5

VERSION

RÉFÉRENCE	VERSION	DATE	RÉDACTEUR
190450A	1	12/08/2020	JDA
190450A	2	10/09/2020	JDA
190450A	3	14/10/2020	DVA
190450A	4	09/11/2020	DVA
190450A	5	11/03/2022	ACO/DVA
190450A	6	12/04/2022	DVA

Sommaire

Préambule	1
1. Opérations de prélèvement de la campagne de 2020	1
1.1. Planning	1
1.2. Moyen nautique	2
1.3. Moyens de prélèvements	3
1.4. Plan d'échantillonnage.....	5
1.4.1. Port du NAYE	5
1.4.2. Coordonnées finales des stations	6
2. Opérations de prélèvement de la campagne de 2019	6
2.1. Planning	6
2.2. Moyen nautique	7
2.3. Moyens de prélèvements	8
2.4. Plan d'échantillonnage.....	9
2.4.1. Port du NAYE	9
2.4.2. Coordonnées finales des stations	9
3. Opération de prélèvement dans l'écluse	10
3.1. Localisation.....	10
3.2. Prélèvements	10
4. Résultats et synthèses.....	12
4.1. Programme d'analyses Terminal du Naye.....	12
4.2. Résultats Sédiments du terminal du Naye – campagne 2020.....	13
4.2.1. Prélèvements.....	13
4.2.2. Paramètres de constitution	13
4.2.3. Contaminants métalliques.....	16
4.2.4. Contaminants organiques	16
4.2.5. Microbiologie	18
4.2.6. Analyse sur lixiviat	18
4.2.7. Test d'embryotoxicité	20
4.3. Rappel des résultats pour les prélèvements de 2019.....	22
4.3.1. Paramètres de constitution	22

4.3.2. Contaminants métalliques.....	22
4.3.3. Contaminants organiques.....	22
4.3.4. Microbiologie.....	22
4.3.5. Analyse sur lixiviat.....	23
4.3.6. Test H14.....	23
4.3.7. Test d'embryotoxicité.....	23
4.4. Synthèse des résultats des campagnes 2019 et 2020.....	25
4.5. Résultats pour la zone de l'écluse.....	27
4.5.1. Paramètres de constitution.....	27
4.5.2. Contaminants métalliques.....	29
4.5.3. Contaminants organiques.....	29
4.5.4. Analyse sur lixiviat.....	32
4.5.5. Test H14.....	33
4.5.6. Test embryotoxicité.....	34
5. Conclusion.....	35
Annexes.....	39

Liste des Figures

<i>Figure 1 : Plan d'échantillonnage validé par les services de l'Etat pour le port du NAYE</i>	5
<i>Figure 2 : Épaisseurs prévisionnelles de sédiment à prélever sur chaque station</i>	5
<i>Figure 3 : Plan d'échantillonnage dans l'écluse du NAYE</i>	10
<i>Figure 4 : Synthèse cartographique des résultats (comparé au seuil N1)</i>	37
<i>Figure 5 : Synthèse cartographique des résultats (comparé au seuil N1)</i>	38

Liste des tableaux

<i>Tableau 1 : Coordonnées des stations prélevées</i>	6
<i>Tableau 2 : granulométrie Terminal du Naye</i>	13
<i>Tableau 3 : constitution physico-chimique – Terminal du Naye</i>	14
<i>Tableau 4 : Définition des classes ou indices de contamination pour les trois micropolluants exprimant la pollution organique (Alzieu, 2003) (COT : carbone organique total ; MS : matière sèche).</i>	15
<i>Tableau 5 - Qualification de l'indice de pollution organique sur les échantillons moyens du secteur Ecluse</i>	15
<i>Tableau 6 : Eléments trace métalliques – Terminal du Naye</i>	16
<i>Tableau 7 : PCB – Terminal du Naye</i>	16
<i>Tableau 8 : HAP – Terminal du Naye</i>	17
<i>Tableau 9 : HCT et BTEX – Terminal du Naye</i>	17
<i>Tableau 10 : TBT – Terminal du Naye</i>	18
<i>Tableau 11 : microbiologie – Terminal du Naye</i>	18
<i>Tableau 12 : résultat des analyses sur lixiviat – Terminal du Naye</i>	19
<i>Tableau 13 : résultats des tests d'embryotoxicité – Terminal du Naye</i>	21
<i>Tableau 14 : granulométrie de la zone de l'écluse</i>	27
<i>Tableau 15 : constitution physico-chimique – Écluse</i>	28
<i>Tableau 16 : Eléments trace métalliques – Écluse</i>	29
<i>Tableau 17 : PCB – Écluse</i>	30
<i>Tableau 18 : HAP – Écluse</i>	30

Tableau 19 : HCT et BTEX – Écluse	31
Tableau 20 : TBT – Écluse	31
Tableau 21 : résultat des analyses sur lixiviat – Écluse	32
Tableau 22 : résultat des analyses H14 – Écluse	33
Tableau 23 : résultat des analyses d'embryotoxicité – Écluse	34

Liste des photos

Photo 1 : Navire le « BON VENT »	2
Photo 2 : carottier de type Vibro-core	3
Photo 3 : ouverture des carottes	4
Photo 4 : conditionnement des échantillons	4
Photo 5 : Embarcation « Le Haumet »	7
Photo 6 : Manipulation de la benne Van Veen	8
Photo 7 : Echantillonnage	8
Photo 8 : Sédiment prélevé au niveau des stations EP2a et EP2b	11

Liste des graphiques

Graphique 1 : composition granulométrique – Terminal du Naye	14
Graphique 2 : composition granulométrique – Écluse	28

Liste des annexes

Annexe 1 : Synthèse des opérations	40
Annexe 2 : Résultats d'analyses pour les échantillons de la campagne de février 2020	41
Annexe 3 : Résultats d'analyses pour les échantillons de la campagne de mai 2020	42
Annexe 4 : Résultats d'analyses pour les échantillons de la campagne de juin 2020 écluse	43
Annexe 5 : Résultats d'EMBRYOTOXICITE – prélèvement de 2019	44

Préambule

La région Bretagne et la Ville de Saint-Malo souhaitent réaliser un état initial de la qualité de l'eau, des sédiments et du biote dans le cadre des projets de restructuration du terminal du Naye et du port des Sablons.

Ce rapport présente les résultats de la qualité des sédiments issus des prélèvements réalisés en 2020 dans le secteur du terminal du Naye et reprend également les résultats des prélèvements et des analyses réalisés sur les 2 secteurs en 2019. Il complète le rapport du 29/11/2019 (rapport Créocéan 190450) qui présentait les résultats de la 1ère campagne de prélèvement et d'analyse au droit des 10 zones d'échantillonnage (prélèvements réalisés à la benne Van Veen).

Durant la campagne de prélèvements en 2019, plusieurs aléas techniques ont conduit à procéder à la deuxième campagne de 2020 :

- ▶ Les volumes prélevés et le moyen de carottage choisi étaient incompatibles avec les attentes des services de l'Etat. Les échantillonnages ont été réalisés au moyen d'une benne Van Veen. L'objectif était d'atteindre les côtes de dragage prévues. De fait, les analyses réalisées concernaient uniquement la partie des sédiments en surface et non ceux plus en profondeur.
- ▶ En raison d'une absence de sédiment meuble, les prélèvements n'ont pas pu être effectués aux stations S3 et S11 (cf figure 1).

À la suite des remarques des services de l'Etat, la deuxième campagne de prélèvement a été lancée en 2020. Un carottier a permis de pouvoir prélever les sédiments sur un profil vertical plus important. Une benne de type Van Veen a été utilisée pour compléter le volume de sédiment nécessaire à la réalisation des différentes analyses. Un seul aléa technique a été rencontré lors de cette nouvelle campagne :

- ▶ Les stations Naye 1 et Naye 2 (indiquées respectivement S1 et S2) n'ont pas été prélevées avec le carottier à cause d'un substrat trop dur, les prélèvements ne sont possibles qu'au moyen d'une benne à prélèvement.
- ▶ La station Naye 3 (anciennement S3) n'avait pas été prélevée en 2019 par absence de sédiment meuble. Elle n'a pas été prélevée non plus en 2020.

Durant la campagne 2020, seules les stations 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 ont été échantillonnées.

Le bilan des stations échantillonnées durant les deux campagnes est présenté dans le tableau ci-dessous :

1. Opérations de prélèvement de la campagne de 2020

1.1. Planning

La campagne 2020 a débuté le 25 février 2020 et a duré 2 jours. Le troisième jour initialement prévu a été annulé en raison de mauvaises conditions météorologiques.

Par suite de la crise sanitaire du COVID19, la deuxième partie de la mission prévue pour finir la campagne 2020 n'a pu être programmée que fin mai. Elle s'est déroulée du 27 au 28 mai 2020.

Les échantillons Naye 6, Naye 7, Naye8, Naye 9 et Naye10 ont été prélevés sur la première partie de la campagne, du 25 au 26 Février 2020.

Les autres échantillons du terminal du NAYE (Naye 4 et Naye 5) ont été prélevés entre le 27 et le 28 mai 2020.

1.2. Moyen nautique

Le moyen nautique utilisé pour ces campagnes est le navire le « BON VENT » mis à disposition par la Région Bretagne. Ce navire est équipé d'une grue permettant l'utilisation du carottier.



Photo 1 : Navire le « BON VENT »

1.3. Moyens de prélèvements

Pour ces campagnes, un carottier de type Vibrocore de la société GEOTEC a été mis en œuvre et privilégié. L'objectif était d'atteindre les côtes de dragage prévues, conformément à la demande des services de l'Etat. Une benne à prélèvement de type benne Van Veen a été utilisée en complément lorsque le carottier n'arrivait pas à pénétrer suffisamment ou pour compléter le volume de sédiment nécessaire à la réalisation des différentes analyses.

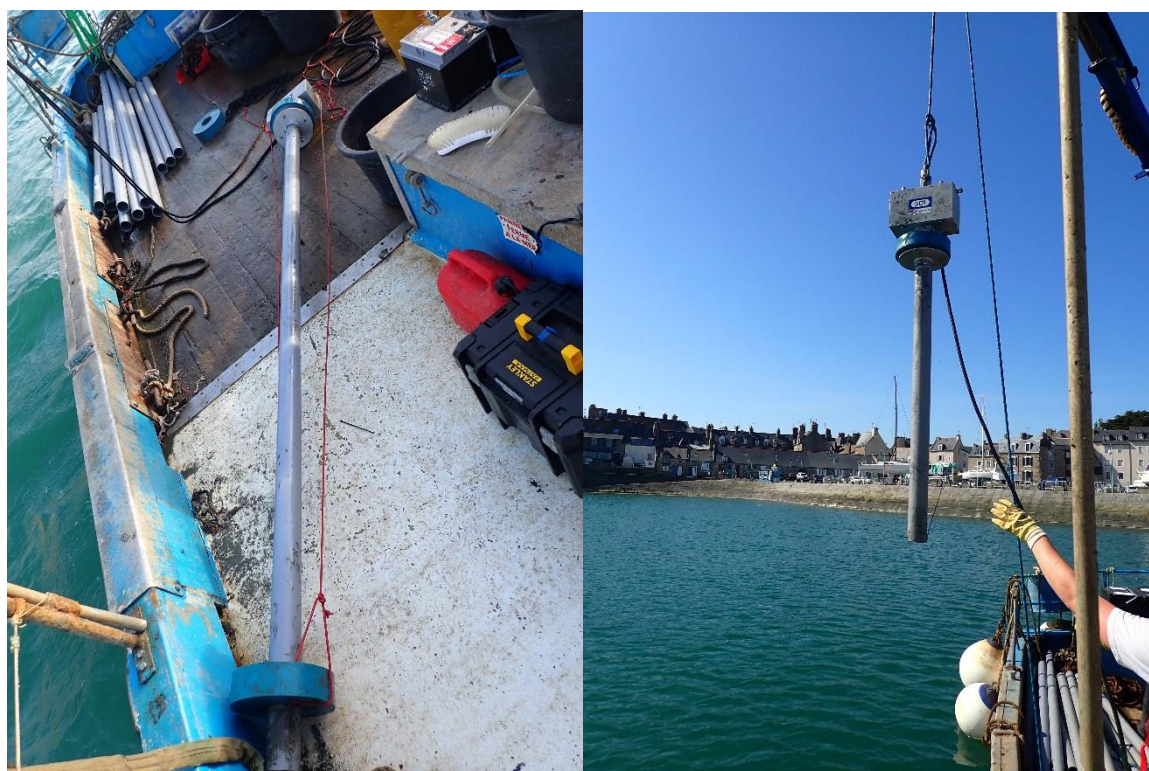


Photo 2 : carottier de type Vibro-core

Une fois ramenée sur le pont, chaque carotte a été ouverte sur place, mesurée et photographiée.



Photo 3 : ouverture des carottes

La partie à conserver, selon les cotes de dragage à atteindre, a été placée dans un bac afin de réaliser les échantillons moyens par zone selon le plan d'échantillonnage établi. Les sédiments ont été ensuite échantillonnés sur place et aussitôt stockés en glacières réfrigérées.



Photo 4 : conditionnement des échantillons

1.4. Plan d'échantillonnage

1.4.1. Port du NAYE



Figure 1 : Plan d'échantillonnage validé par les services de l'Etat pour le port du NAYE

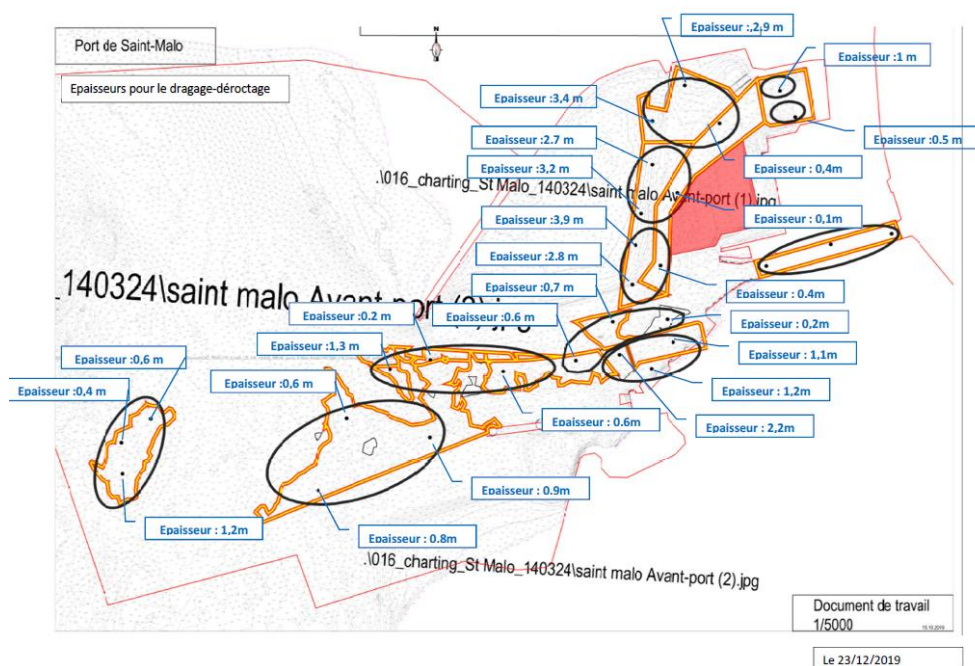


Figure 2 : Épaisseurs prévisionnelles de sédiment à prélever sur chaque station

1.4.2. Coordonnées finales des stations

Le tableau ci-après présente les coordonnées finales des stations. Les coordonnées sont en Latitude/longitude WGS84.

Zone		station	Coord. En WGS84	
			Latitude	longitude
Terminal du Naye	Naye 4	4a	48°38.540' N	2°01.619' W
		4b	48°38.526' N	2°01.673' W
		4c	48°38.506' N	2°01.726' W
	Naye 5	5a	48°38.528' N	2°01.605' W
		5b	48°38.490' N	2°01.632' W
		5c	48°38.498' N	2°01.633' W
	Naye 6	6a	48°38.577' N	2°01.625' W
		6b	48°38.590' N	2°01.660' W
		6c	48°38.556' N	2°01.662' W
	Naye 7	7a	48°38.636' N	2°01.610' W
		7b	48°38.656' N	2°01.648' W
		7c	48°38.621' N	2°01.654' W
	Naye 8	8a	48°38.689' N	2°01.569' W
		8b	48°38.721' N	2°01.617' W
		8c	48°38.692' N	2°01.648' W
	Naye 9	9	48°38.719' N	2°01.498' W
Naye 10	10	48°38.704' N	2°01.477' W	

Tableau 1 : Coordonnées des stations prélevées

2. Opérations de prélèvement de la campagne de 2019

Les chapitres suivants reprennent les principaux résultats des prélèvements réalisés les 9 et 10 août 2019 dans le secteur de ces deux points (noté S1 et S2 dans le rapport de 2019).

La station Naye 3 (anciennement S3) n'a pu être prélevée en 2019 et en 2020, faute de sédiment meuble.

2.1. Planning

La campagne 2019 a duré 2 jours, du 9 au 10 août.

Les échantillons S5, S9 et S10 (Terminal du Naye) ont été prélevés le mardi 9 août 2019. Le lendemain, mercredi 10 août 2019, le reste des stations du terminal du Naye a été échantillonné

2.2. Moyen nautique

Le moyen nautique utilisé pour cette campagne était le navire le « Le Haumet » mis à disposition par la Région Bretagne. Ce navire est équipé d'une grue permettant l'utilisation de la benne Van Veen, seul engin de prélèvement initialement employé.



Photo 5 : Embarcation « Le Haumet »

2.3. Moyens de prélèvements

Les prélèvements de sédiments en 2019 ont été réalisés au moyen d'une benne Van Veen.

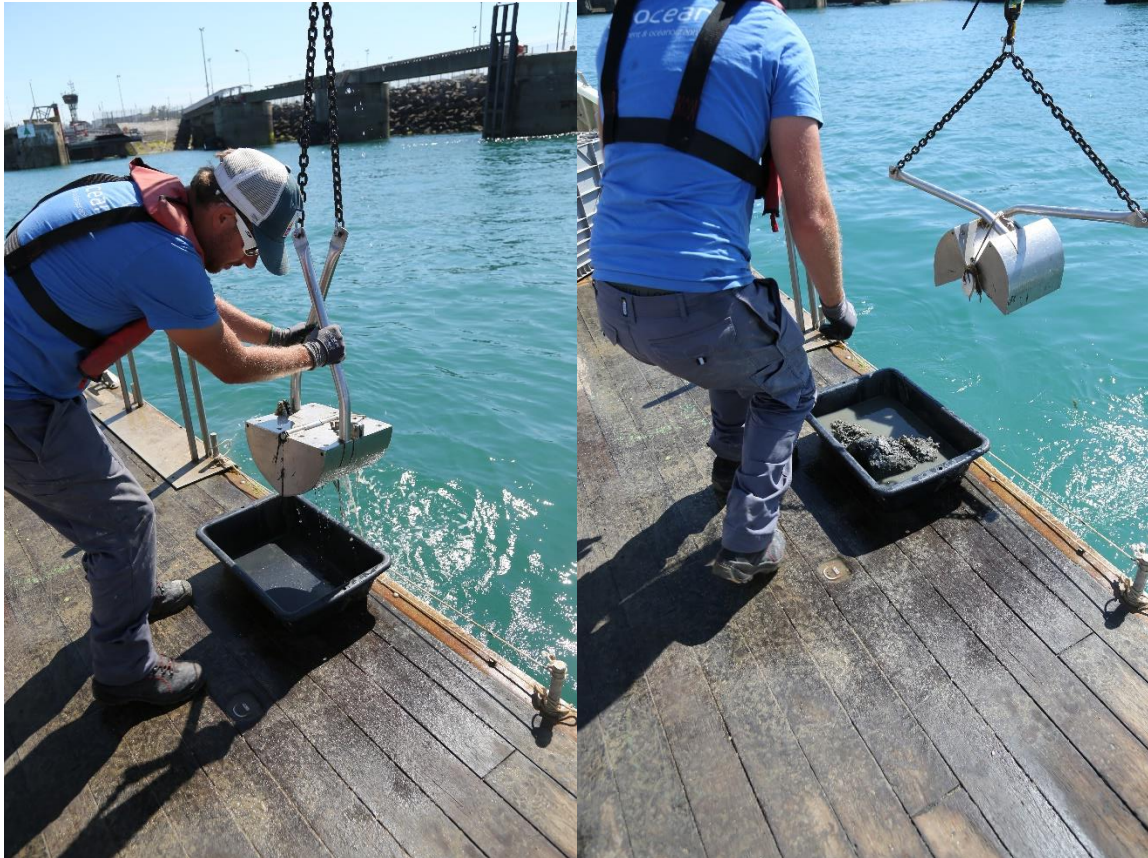


Photo 6 : Manipulation de la benne Van Veen

Les sédiments ont été échantillonnés sur place et aussitôt stockés dans des bacs réfrigérants pour une parfaite conservation.



Photo 7 : Echantillonnage

2.4. Plan d'échantillonnage

2.4.1. Port du NAYE

Le plan d'échantillonnage de la campagne 2019 est identique à celui utilisé pour la campagne 2020 (Figure 1).

2.4.2. Coordonnées finales des stations

Les coordonnées des stations sont identiques à celles de la campagne 2020 : voir Tableau 1.

3. Opération de prélèvement dans l'écluse

En complément des prélèvements de sédiments dans le port du NAYE, un échantillonnage a été réalisé par plongeurs dans l'écluse.

Les opérations ont été réalisées le 24 juin 2020.

3.1. Localisation

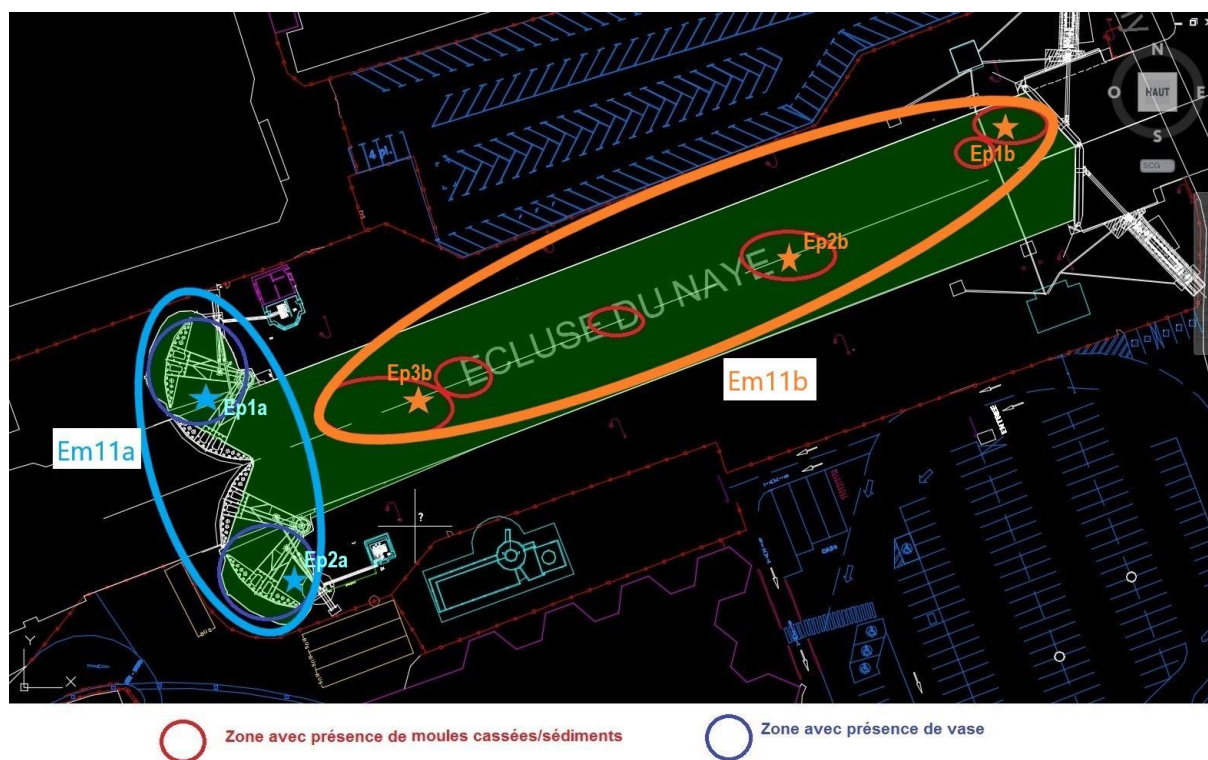


Figure 3 : Plan d'échantillonnage dans l'écluse du NAYE

3.2. Prélèvements

Un plongeur scaphandrier est descendu en plongée narguilé, muni d'un tube PVC pour recueillir le sédiment au fond, à environ 9 mètres de profondeur.

Au niveau des portes de l'écluse (EP2a et EP1a), il a été noté la présence de vase en quantité avec un peu de débris coquillés assez fins (photo 8).

Le plongeur a réalisé les prélèvements au niveau des charnières.



Photo 8 : Sédiment prélevé au niveau des stations EP2a et EP2b

Sur la partie ouest de l'écluse (Ep3b), peu de sédiment a été trouvé, surtout des cailloux, du sable grossier et des débris coquillés.

Au centre de l'écluse (Ep2b), il a été observé des cailloux et des débris coquillés avec davantage de sédiment vaseux.

Dans la partie Est de l'écluse (EP1b), il y a beaucoup de coquilles de moules. Le plongeur a observé un mélange de coquilles, sable, vase, cailloutis sur au moins deux mètres d'épaisseur.

Sur ce secteur Ecluse, il n'a pas été observé de stratification verticale, mais plutôt trois zones distinctes horizontalement : peu de sédiment meuble à l'ouest, avec un fond dur et caillouteux ; un mélange de vase, sable grossier, coquilles au centre ; et une forte proportion de coquille à l'est.

4. Résultats et synthèses

La qualité des sédiments est comparée aux seuils réglementaires N1 et N2 définis dans l'arrêté du 9 août 2006 (complété par les arrêtés du 23 décembre 2009, 8 février 2013 et du 17 juillet 2014) relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de sédiments marins. Ces seuils constituent des points de repère permettant de mieux apprécier l'incidence que peut avoir l'opération projetée de dragage et/ou d'immersion. Ainsi selon la circulaire technique du 14 juin 2000 :

- Au-dessous du niveau N1, l'impact potentiel est en principe jugé d'emblée neutre ou négligeable, les teneurs étant « normales » ou comparables au bruit de fond environnemental ;
- Entre le niveau N1 et N2, une investigation complémentaire peut s'avérer nécessaire en fonction du projet considéré et du degré de dépassement du niveau N1 ;
- Au-delà de N2, une investigation complémentaire est généralement nécessaire car des indices notables laissent présager un impact potentiel négatif de l'opération.

En cas de gestion à terre des sédiments, ceux-ci sont alors considérés comme des « déchets » et doivent répondre à la réglementation, notamment :

- *l'arrêté du 12 décembre 2014* quant aux critères d'admission dans les installations de stockage des déchets inertes (ISDI),
- *l'arrêté du 15 février 2016* quant aux critères d'admission dans les installations de stockage des déchets de sédiment,
- *l'arrêté du 30 décembre 2002* quant aux critères d'admission dans les installations de stockage des déchets dangereux (ISDD).

Enfin, la toxicité globale du sédiment est appréciée à l'aide des tests d'embryotoxicité et d'écotoxicité H14.

Les tests d'embryotoxicité (capacité d'un agent ou d'une substance de nuire au développement de l'embryon) sont réalisés sur des larves d'huîtres (milieu marin) et ont pour but d'évaluer le caractère écotoxique des sédiments destinés à une immersion en mer.

Les essais d'écotoxicologie – critère H14 – sont destinés à évaluer le caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre, notamment pour une évacuation en centre de traitement de déchet.

Les résultats détaillés des analyses sont reportés en annexes 2 et 3.

4.1. Programme d'analyses Terminal du Naye

Les échantillons de la campagne 2020, sur les stations Naye4 à 10, ont été confiés au laboratoire Eurofins de Saverne pour analyse. Ce laboratoire possède les agréments nécessaires.

Les analyses ont été réalisées à la fois sur les échantillons bruts et sur le lixiviat (éluât) des échantillons.

Les analyses sur échantillon brut ont porté sur différents paramètres qui sont inclus dans le pack dragage :

- Paramètre de constitution (masse volumique, matière sèche, COT, aluminium) ;
- Granulométrie laser et par tamisage ;
- Éléments trace métalliques ;
- Polychlorobiphényles (PCB) ;
- Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) ;
- Tributylétain (TBT) et ses dérivés (MBT, DBT).
- Indice hydrocarbures C10-C40 ;
- BTEX (Benzène, toluène, Éthylbenzène, Xylène)

Les analyses sur le lixiviat ont porté sur :

- Paramètres de constitution (taux d'humidité, matière sèche, pH, conductivité, COT, fraction soluble, fluorures, chlorure, sulfates et indice phénols) ;
- Éléments traces métalliques sur lixiviat ;

Sur tous les échantillons du port du NAYE, un test d'embryotoxicité a également été réalisé.

4.2. Résultats Sédiments du terminal du Naye – campagne 2020

4.2.1. Prélèvements

Les conditions de prélèvement des différents échantillons sont précisées en annexe 1.

4.2.2. Paramètres de constitution

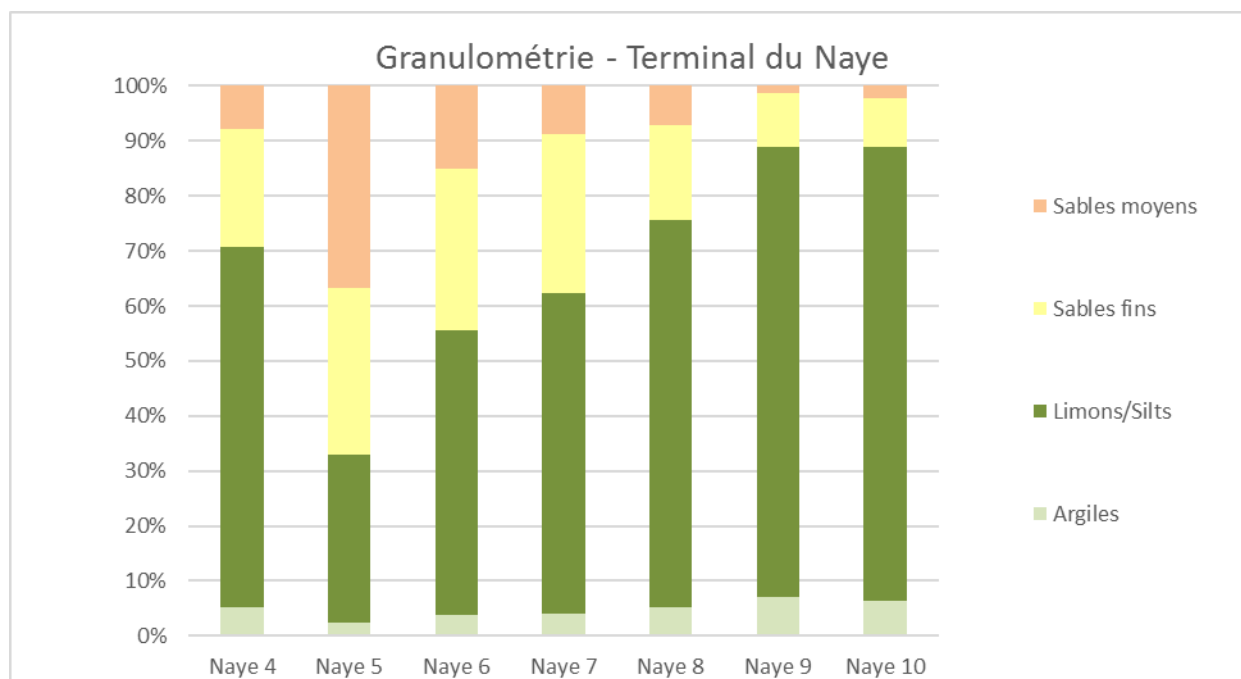
4.2.2.1. Granulométrie

Le tableau ci-dessous présente les résultats de granulométrie laser pour les échantillons du terminal du Naye. La composition granulométrique est également présentée sous forme d'histogramme ci-après.

			Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10
		Classification granulométrique (% masse volumique)							
Graviers		>2mm	0	0	0	0	0	0	0
Sables	Sables grossiers	500-2000µm	3.76	16.44	4.08	4.06	9.24	1.02	0.25
	Sables moyens	200-500µm	7.64	30.66	14.56	8.51	6.49	1.26	2.35
	Sables fins	63-200µm	20.5	25.34	28.17	27.6	15.54	9.62	8.79
Pélites	Limons/Silts	2-63µm	63.13	25.57	49.6	55.94	64.01	81.19	82.17
Lutites	Argiles	<2µm	4.97	1.99	3.59	3.89	4.72	6.91	6.44

Tableau 2 : granulométrie Terminal du Naye

L'évolution granulométrique depuis l'entrée du terminal jusqu'aux bassins est notable avec une exception pour NAYE4. Ainsi, les échantillons prélevés à l'entrée sont principalement sableux. La composition granulométrique évolue vers des vases au fur et à mesure que l'on se rapproche des bassins.



Graphique 1 : composition granulométrique – Terminal du Naye

4.2.2.2. Physico-chimie

La constitution physico-chimique est présentée dans le tableau suivant.

Terminal du Naye			Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10
Constitution	Matière sèche	%	54,5	71,5	60,9	62,9	55,9	48,3	54,4
	Masse Volumique	g/cm ³	1,62	1,88	1,75	1,71	1,64	1,64	1,71
	Azote Kjeldahl	g/kg sec	1,3	<0.5	1,3	1	1,5	2,2	1,5
	Ammonium	mg NH4/kg sec	82,2	35,4	60,2	49,5	40,9	127	116
	COT	g(C)/kg sec	9,57	5,19	8,24	7,75	11,2	17,2	16,2
	Phosphore	mg/kg sec	542	406	524	497	569	850	920

Tableau 3 : constitution physico-chimique – Terminal du Naye

La teneur en matière sèche varie de 48,3 à 71,5%. La teneur en matière sèche reflète la teneur en vase des sédiments : plus le taux de vase est élevé, plus le taux de matière sèche est faible. Ainsi, l'échantillon NAYE5, situé à l'entrée, a un taux de matière sèche plus important que ceux situés plus à l'intérieur du terminal.

La teneur en aluminium varie de 6 190 à 12 200 mg/kg sec. Les vases (< 63 µm) contiennent des feuillets de phyllosilicates d'aluminium. Logiquement, la teneur en aluminium augmente avec le taux de pélites.

La concentration en COT (Carbone Organique Total) est comprise entre 5,19 et 17,2 g/kg sec. Ces teneurs sont en-deçà de la moyenne nationale qui est de 26 g/kg. La contamination organique est donc modérée.

REGION BRETAGNE - VILLE DE SAINT-MALO
LOT1 - MS3 : ÉTUDE QUALITE DES SEDIMENTS

La pollution organique est évaluée par trois paramètres : l'azote organique total (NTK) ou Kjeldhal, le phosphore total (P) et le carbone organique total (COT). La pollution organique peut donc être estimée sur la base des travaux d'Alzieu (Alzieu, 2003). L'indice de pollution organique (PO) est égal à la somme des trois indices : voir tableau suivant.

Tableau 4 : Définition des classes ou indices de contamination pour les trois micropolluants exprimant la pollution organique (Alzieu, 2003) (COT : carbone organique total ; MS : matière sèche).

Carbone (COT)		Azote (NTK)		Phosphore	
Valeur (% MS)	Indice	Valeur (mg kg ⁻¹ MS)	Indice	Valeur (mg kg ⁻¹ MS)	Indice
< 0,6	0	< 600	0	< 500	0
0,6–2,3	1	600–1 200	1	500–800	1
2,4–4,0	2	1 200–2 400	2	800–1 200	2
4,1–5,8	3	2 400–3 600	3	> 1 200	3
> 5,8	4	> 3 600	4		

	Nul à faible	Moyen	Fort	Très fort
Pollution organique	<3	3-6	6-8	>8

Tableau 5 - Qualification de l'indice de pollution organique sur les échantillons moyens du secteur Ecluse

Paramètre	Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10
Carbone organique total	1	0	1	1	1	1	1
Azote Kjeldhal	2	0	2	1	2	2	2
Phosphore total	1	0	1	0	1	2	2
Indice de pollution organique : Somme des 3 indices	4	0	4	2	4	5	5

L'indice de pollution organique d'Alzieu (2003) indique une pollution organique qualifiée de faible à moyenne pour les sédiments du terminal du Naye.

4.2.3. Contaminants métalliques

Les concentrations en éléments traces métalliques réglementaires sont précisées dans le tableau suivant.

Terminal du Naye		Naye4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10	seuils immersion	
									N1	N2
Métaux									Arrêté du 09/08/2006 modifié	
Arsenic	mg/kg sec	10,9	4,93	5,08	6,4	6,57	11,3	11,1	25	50
Cadmium	mg/kg sec	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	1,2	2,4
Chrome	mg/kg sec	19,9	14,1	19,3	17,5	20,8	29,5	28,7	90	180
Cuivre	mg/kg sec	13,4	13,2	9,7	15,6	23,6	54,3	47,8	45	90
Mercure	mg/kg sec	0,25	<0,10	0,48	0,19	0,14	0,44	0,76	0,4	0,8
Nickel	mg/kg sec	11,5	8,45	11,6	10,2	11,7	17,6	17,1	37	74
Plomb	mg/kg sec	15,1	9,18	14,5	12,7	17	33,4	35,3	100	200
Zinc	mg/kg sec	48,9	31,3	51,6	46	61,3	142	113	276	552

Tableau 6 : Eléments trace métalliques – Terminal du Naye

Une contamination métallique (dépassement du seuil N1) est observée pour les échantillons NAYE9 et NAYE10 pour les paramètres cuivre et mercure, ainsi que sur Naye6 pour le mercure. Pour les autres échantillons, aucune contamination notable n'est observée.

Les deux contaminants retrouvés dans le sédiment prélevé et dont la concentration dépasse le seuil N1 ont une origine anthropique principalement liée à l'utilisation d'anti-fouling :

- Dans les années 80, le tributylétain (TBT) a été remplacé par des oxydes de cuivre (Cu₂O) comme matière active des peintures anti-salissures, ce qui explique des concentrations élevées de cuivre dans les sédiments portuaires (Benoit-Bonnemason *et al.*, 2012).
- Du fait de ses propriétés toxiques, le mercure a été utilisé pendant de nombreuses années comme composant dans les peintures anti-salissures et anti-rouille, comme fongicide et insecticide dans l'agriculture (Caille, 2002). Le mercure peut aussi provenir des rejets industriels.

4.2.4. Contaminants organiques

4.2.4.1. Polychlorobiphényles (PCB)

Les PCB sont des polluants organiques persistants – ils se désagrègent très peu et s'accumulent dans l'environnement. Leur production et utilisation est interdite depuis 1987.

Les teneurs en PCB sont inférieures à la limite de détection du laboratoire pour la majorité des congénères de PCB. Les teneurs en PCB sont toutes inférieures au niveau N1.

Terminal du Naye		Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10	seuils immersion	
									N1	N2
Polychlorobiphényles (PCB)									Arrêté du 09/08/2006 modifié	
n°28	µg/kg sec	<1	<1	<1	<1	<1	<1	1,1	5	10
n°52	µg/kg sec	<1	<1	<1	<1	<1	<1	2,1	5	10
n°101	µg/kg sec	<1	<1	<1	<1	<1	<1	3,1	10	20
n°118	µg/kg sec	<1	<1	<1	<1	<1	<1	2,1	10	20
n°138	µg/kg sec	<1	<1	<1	<1	<1	1,3	3,7	20	40
n°153	µg/kg sec	<1	<1	<1	<1	<1	1,7	5	20	40
n°180	µg/kg sec	<1	<1	<1	<1	<1	<1	2,1	10	20

Tableau 7 : PCB – Terminal du Naye

Aucune contamination notable en PCB n'est observée dans les sédiments du terminal du Naye.

REGION BRETAGNE - VILLE DE SAINT-MALO
LOT1 - MS3 : ÉTUDE QUALITE DES SEDIMENTS

4.2.4.2. Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)

Les HAP sont des constituants naturels du charbon et du pétrole ou proviennent de la combustion incomplète de matières organiques (carburants, bois, tabac).

Terminal du Naye		Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10	seuils immersion	
									N1	N2
Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)									Arrêté du 09/08/2006 modifié	
Acénaphène	µg/kg sec	7.2	5.7	12	15	31	24	32	15	260
Acénaphylène	µg/kg sec	<2.2	6.8	4.8	5.4	5.6	9.3	11	40	340
Anthracène	µg/kg sec	16	28	44	32	49	41	1100	85	590
Benzo(a)anthracène	µg/kg sec	25	37	79	80	220	150	240	260	930
Benzo(a)pyrène	µg/kg sec	28	38	86	98	240	200	320	430	1015
Benzo(b)fluoranthène	µg/kg sec	39	43	120	120	310	300	400	400	900
Benzo(k)fluoranthène	µg/kg sec	21	20	64	52	130	180	200	200	400
Benzo(ghi)peryène	µg/kg sec	23	25	57	68	150	170	230	1700	5650
Chrysène	µg/kg sec	25	35	72	60	190	130	210	380	1590
Benzo(ah)anthracène	µg/kg sec	8.7	10	25	27	64	67	85	60	160
Fluoranthène	µg/kg sec	44	75	85	11	250	170	270	600	2850
Fluorène	µg/kg sec	7.1	8.4	11	11	20	18	31	20	280
Indéno(123-cd)pyrène	µg/kg sec	17	21	61	63	140	150	180	1700	5660
Naphtalène	µg/kg sec	2.5	<2.1	13	12	20	22	46	160	1130
Phénanthrène	µg/kg sec	29	73	51	58	130	100	230	240	870
Pyrène	µg/kg sec	30	52	83	100	230	190	290	500	1500

Tableau 8 : HAP – Terminal du Naye

Aucune contamination en HAP notable n'est observée dans les sédiments de NAYE4, NAYE5 et NAYE6.

Sur les échantillons NAYE7, NAYE8 et NAYE9, il y a un dépassement de N1 pour le paramètre Acénaphène et d'autres composés. Les dépassements sont faibles.

Sur l'échantillon NAYE10, il est observé un dépassement de N1 sur plusieurs composés et un dépassement important de N2 (presque le double) pour le composé Anthracène.

4.2.4.3. Hydrocarbures (indice HCT et BTEX)

Terminal du Naye			Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10	Paramètres/seuil exigés par:		
										Arrêté du 12 décembre 2014 ISDI "conditions d'admission des déchets inertes"	Arrêté 15 février 2016 "installation de stockage de déchets de sédiments"	Arrêté du 30 décembre 2016 ISDD "relatif au stockage de déchets dangereux"
	Indice hydrocarbures C10-C40	mg/kg sec	110	70,8	81	70,2	87,2	419	387	500		50 000
Composés benzéniques	Benzène	µg/kg sec	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100			
	Toluène	µg/kg sec	<200	<200	<200	<200	<200	<200	<200			
	Ethylbenzène	µg/kg sec	<200	<200	<200	<200	<200	<200	<200			
	Xylène-ortho	µg/kg sec	<200	<200	<200	<200	<200	<200	<200			
	Xylène (méta+para)	µg/kg sec	<200	<200	<200	<200	<200	<200	<200			
	Somme BTEX	µg/kg sec	300	300	300	300	300	300	300	6000		

Tableau 9 : HCT et BTEX – Terminal du Naye

Aucune contamination en hydrocarbures C10-C40 ou BTEX n'est observée dans les différents échantillons.

4.2.4.4. Organostanniques (TBT et dérivés)

L'usage du TBT, autrefois utilisé comme agent anti-salissures, est aujourd'hui interdit mais ce composé est persistant. Les DBT et MBT, respectivement di- et monobutylétain, sont les produits de dégradation successive.

Terminal du Naye		Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10	seuils immersion	
									N1	N2
Organostannique									Arrêté du 09/08/2006 modifié	
TBT	µg/kg sec	27	103	90	68	61	513	2685	100	400
MBT	µg/kg sec	<3	7	19	12	10	90	126		
DBT	µg/kg sec	<4	12	33	31	25	169	314		

Tableau 10 : TBT – Terminal du Naye

Aucune contamination en TBT n'est observée sur les échantillons Naye4, Naye6, Naye7 et Naye8. Une légère contamination est observée sur NAYE5 avec un léger dépassement de N1. Sur Naye9 et Naye10, un dépassement de N2 est identifié. Il est important sur Naye 10 (plus de 6 fois la valeur N2).

4.2.5. Microbiologie

La recherche de germes entériques (entérocoques, *Escherichia coli* et bactéries coliformes) témoigne d'une contamination soit par les réseaux d'évacuation des eaux de la ville, soit des eaux noires des navires.

Terminal du Naye		Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10
Microbiologie								
Entérocoques	NPP/g	<56	<56	<56	<56	<56	<56	<56
E. coli	NPP/10g	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
Bactéries coliformes	NPP/10g	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100

Tableau 11 : microbiologie – Terminal du Naye

La contamination bactérienne est en dessous des limites de détection du laboratoire.

4.2.6. Analyse sur lixiviat

Une analyse du lixiviat sur chaque échantillon prélevé au Terminal du Naye a été réalisée afin de préciser les filières de traitement des déblais à terre.

REGION BRETAGNE - VILLE DE SAINT-MALO
LOT1 - MS3 : ÉTUDE QUALITE DES SEDIMENTS

Terminal du Naye			Naye 4 lixi	Naye 5 Lixi	Naye 6 Lixi	Naye 7 Lixi	Naye 8 Lixi	Naye 9 Lixi	Naye 10 Lixi	Paramètres/seuil exigés par:		
										Arrêté du 12 décembre 2014 ISDI "conditions d'admission des déchets inertes"	Arrêté 15 février 2016 "installation de stockage de déchets de sédiments"	Arrêté du 30 décembre 2016 ISDD "relatif au stockage de déchets dangereux"
Caractéris-tiques physiques	Matières sèches	%	54,5	71,5	60,9	62,9	55,9	48,3	54,4			
	pH	unité pH	8,2	9,6	8,4	8,2	8,2	8,5	8,4			
	Conductivité à 25°C	µS/cm	5570	1950	4550	6250	5270	5750	6690			
Analyse sur lixiviat	COT	mg/kg sec	330	250	140	180	290	470	210	500	800	1 000
	Fraction soluble	mg/kg sec	32 700	12 500	24 000	37 200	36 500	30 900	37 900	4 000	60 000	100 000
	Fluorures	mg/kg sec	8,2	5,4	6,9	9,0	8,3	8,2	8,9	10	150	500
	Chlorures	mg/kg sec	16 700	5 060	13 500	18 600	16 000	19 000	20 400	800	15 000	25 000
	Sulfates	mg/kg sec	2 610	950	1 700	2 990	2 220	1 440	2 400	1 000	20 000	50 000
	Phénols	mg/kg sec	<0.51	<0.50	<0.51	<0.50	<0.51	<0.51	<0.50	1		1 000
Métaux lourds sur lixiviat	Antimoine	mg/kg sec	0,015	0,015	0,015	0,029	0,014	0,03	0,023	0,06	0,7	5
	Arsenic	mg/kg sec	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	0,5	2	25
	Baryum	mg/kg sec	0,37	0,19	0,19	0,22	0,16	0,22	0,45	20	100	300
	Cadmium	mg/kg sec	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	0,04	1	5
	Chrome	mg/kg sec	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	0,5	10	70
	Cuivre	mg/kg sec	<0.20	0,41	<0.20	<0.20	<0.20	<0.20	0,33	2	25	100
	Mercure	mg/kg sec	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	0,01	0,2	2
	Molybdène	mg/kg sec	0,41	0,14	0,94	0,72	0,43	1,92	0,69	0,5	10	30
	Nickel	mg/kg sec	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	0,4	10	40
	Plomb	mg/kg sec	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	0,5	10	50
	Sélénium	mg/kg sec	<0.01	0,016	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0,1	0,5	7
	Zinc	mg/kg sec	<0.2	0,26	<0.20	<0.20	<0.20	<0.20	<0.20	4	50	200

Tableau 12 : résultat des analyses sur lixiviat – Terminal du Naye

Au vu des résultats, on observe que :

- L'ensemble des échantillons dépasse le seuil ISDI pour la fraction soluble et les chlorures. Vis-à-vis des chlorures, les échantillons NAYE4, NAYE7, NAYE8, NAYE9 et NAYE10 dépassent également le seuil Installation stockage sédiment ;
- 6 échantillons sur 7 dépassent le seuil ISDI vis-à-vis des sulfates ;
- Des dépassements de seuils ISDI sont à noter pour le molybdène (Naye6, Naye7, Naye9 et Naye10).

Pour les autres paramètres, les teneurs mesurées sont compatibles avec une évacuation en ISDI.

Lorsqu'il s'agit de sédiments marins, les teneurs en chlorures des lixiviats sont habituellement dépassées compte-tenu du sel contenu dans l'eau de mer.

Par ailleurs, l'arrêté du 12 décembre 2014 précise que « si le déchet ne respecte pas au moins une des valeurs fixées pour le chlorure, le sulfate ou la fraction soluble, le déchet peut être encore jugé conforme aux critères d'admission s'il respecte soit les valeurs associées aux chlorures et au sulfate, soit celle associée à la fraction soluble ». Cela serait envisageable pour l'échantillon Naye5 uniquement. Pour les autres secteurs du terminal du Naye, la filière de destination des déblais est l'installation de stockage de déchets de sédiment.

4.2.7. Test d'embryotoxicité

Les tests d'embryotoxicité sur larves d'huîtres sont destinés à évaluer le caractère écotoxique des sédiments destinés à une immersion en mer.

Ce test est défini par la norme ISO 17244 (2015). Il porte sur le développement embryonnaire d'œufs fécondés de bivalves, au stade de larve "D" (*Crassostrea gigas*) qui correspond au début de l'évolution larvaire. La toxicité des sédiments est alors évaluée par le pourcentage d'anomalies du développement embryonnaire, voire un blocage dans leur développement, pour des expositions à des concentrations en sédiment comprises entre 0 et 10 g/l.

L'effet sur les larves de mollusques est évalué en recherchant la concentration en produit potentiellement toxique à laquelle on observe 50 % d'anomalies (CE50). Les LOEC (concentration la plus faible ayant montré un effet) et NOEC (concentration n'entraînant pas d'effet) peuvent également être calculées. Ce test peut être réalisé sur sédiments, extraits aqueux ou eau interstitielle.

Cet essai convient pour des gammes de salinité allant de 20 à 40 pour les moules et de 25 à 35 pour les huîtres. Il est préconisé pour la grande sensibilité des invertébrés marins aux toxiques en phase de développement embryonnaire et pour sa capacité à discriminer différents niveaux de contamination des sédiments. En fonction du pourcentage d'anomalies pour une concentration de 5 g/l de sédiment sec, une grille de notation du risque, indiquant le niveau de toxicité, a été établie par GEODE et est indiquée dans le tableau ci-dessous :

Classes de toxicité établies par GEODE

Note	Toxicité	Larves « D » anormales (%)
0	Négligeable	< 10
1	Faible	10 à 30
2	Moyenne	30 à 50
3	Forte	> 50
4	Très forte	Blocage du développement au stade embryon

REGION BRETAGNE - VILLE DE SAINT-MALO
LOT1 - MS3 : ÉTUDE QUALITE DES SEDIMENTS

Les résultats sont indiqués dans le tableau suivant :

Terminal du Naye		Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10
Test embryotoxicité								
Larves D normales Témoin	%	85.8	85.8	81.7	81.7	81.7	81.7	81.7
CE 50	µg/l	8.3	8.3	13.3	13.3	13.3	13.3	13.3
Larves anormales 5 g/l ms	%	3.3	1	2.9	0.4	0	1.2	4.1
Larves au stade D 5g/l ms	%	100	100	100	100	100	100	100
Note Risque GEODRISK		0	0	0	0	0	0	0
toxicité		négligeable	négligeable	négligeable	négligeable	négligeable	négligeable	négligeable

Tableau 13 : résultats des tests d'embryotoxicité – Terminal du Naye

Les sédiments des points de prélèvement Naye 1 et Naye 2, respectivement référencés au laboratoire E190704712 et E190704730, sont considérés comme très faiblement toxique (détail en annexe 5)

Aucun des échantillons ne présentent d'écotoxicité au regard du test d'embryotoxicité sur larves d'huitres.

4.3. Rappel des résultats pour les prélèvements de 2019

4.3.1. Paramètres de constitution

4.3.1.1. Granulométrie

L'évolution granulométrique depuis l'extérieur du terminal jusqu'aux bassins est notable. Ainsi, les échantillons prélevés à l'extérieur sont principalement sableux. La composition granulométrique évolue vers des vases au fur et à mesure que l'on se rapproche des bassins.

4.3.1.2. Physico-chimie

La teneur en matière sèche varie de 77,9 et 82,1%. La teneur en matière sèche reflète la teneur en vase des sédiments : plus le taux de vase est élevé, plus le taux de matière sèche est faible. Ainsi, les échantillons N1 à N2 situés à l'extérieur ont un taux de matière sèche plus important que ceux situés plus à l'intérieur du terminal.

La teneur en aluminium varie de 4 285 à 5 108mg/kg sec.

La concentration en COT (Carbone Organique Total) est comprise entre 7 et 10 g/kg sec. Ces teneurs sont en-deçà de la moyenne nationale qui est de 26 g/kg. La contamination organique est donc modérée.

4.3.2. Contaminants métalliques

Aucune contamination métallique notable n'est observée pour les échantillons prélevés dans les secteurs Naye 1 et Naye 2.

Les concentrations mesurées sont inférieures, voire très inférieures aux seuils réglementaires.

4.3.3. Contaminants organiques

4.3.3.1. Polychlorobiphényles (PCB)

Aucune contamination notable en PCB n'est observée dans les échantillons prélevés dans les secteurs Naye 1 et Naye 2.

4.3.3.2. Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)

Aucune contamination notable en HAP n'est observée dans échantillons prélevés dans les secteurs Naye 1 et Naye 2.

4.3.3.3. Organostanniques (TBT et dérivés)

Aucune contamination en TBT n'est observée dans les échantillons prélevés sur les secteurs Naye 1 et Naye 2.

4.3.4. Microbiologie

La contamination bactérienne est très variable.

4.3.5. Analyse sur lixiviat

Au vu des résultats, on observe que l'ensemble des échantillons dépasse le seuil ISDI pour la fraction soluble et les chlorures.

Lorsqu'il s'agit de sédiments marins, les teneurs en chlorures des lixiviats sont habituellement dépassées compte-tenu du sel contenu dans l'eau de mer.

Par ailleurs, l'arrêté du 12 décembre 2014 précise que « *si le déchet ne respecte pas au moins une des valeurs fixées pour le chlorure, le sulfate ou la fraction soluble, le déchet peut être encore jugé conforme aux critères d'admission s'il respecte soit les valeurs associées aux chlorures et au sulfate, soit celle associée à la fraction soluble* ». Cela ne sera pas envisageable pour les échantillons Naye 1 et Naye 2. La filière de destination des déblais est l'installation de stockage de déchets de sédiment en raison de ces seuls critères.

4.3.6. Test H14

Les essais d'écotoxicologie – critère H14 – sont destinés à évaluer le caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre.

Aucun des échantillons ne présentent d'écotoxicité au regard du test H14.

4.3.7. Test d'embryotoxicité

Les tests d'embryotoxicité sur larves d'huîtres sont destinés à évaluer le caractère écotoxique des sédiments destinés à une immersion en mer.

Les échantillons Naye 1 et Naye 2, prélevés lors de la campagne de 2019, ont été confiés au laboratoire INOVALYS pour réaliser des tests complémentaires d'embryotoxicité.

Le détail des résultats est donné en annexe 5.

Selon la grille de lecture Géodrisk, les sédiments Naye1 et Naye2 sont considérés comme étant faiblement toxiques, avec une note de risque de 1.

Si les résultats de ces tests doivent constituer une donnée d'entrée pour évaluer les risques environnementaux liés à l'opération, leur interprétation n'est néanmoins pas aisée. L'extrapolation de ces résultats aux risques écotoxiques associés à la dispersion (et donc la dilution) des matériaux et à l'exposition d'un cortège d'espèces bien plus large est extrêmement complexe, voire impossible.

L'interprétation de ces résultats doit ainsi être faite avec prudence et en tenant compte des limites méthodologiques et scientifiques qui se posent à leur utilisation pour l'évaluation des risques écotoxiques engendrés par une opération sur l'environnement dans son ensemble.

REGION BRETAGNE - VILLE DE SAINT-MALO
LOT1 - MS3 : ÉTUDE QUALITE DES SEDIMENTS

4.4. Synthèse des résultats des campagnes 2019 et 2020

Paramètres	Unités	CAMPAGNE 2019										CAMPAGNE 2020										EM11a	EM11b	EM11c	Prélèvements non suffisants pour faire analyses	Prélèvements non suffisants pour faire analyses	Toxicité fait sur EM11M	Toxicité fait sur EM11M	Prélèvement pour la toxicité sur larve d'huître	PARAMÈTRES	Paramètre exigé par Arrêté 9 août 2006 Seuil N1	Paramètre exigé par Arrêté 9 août 2006 Seuil N2	Paramètre / Seuil exigé par Arrêté 15 février 2016 "Installations de stockage de déchets de sédiments" DEVP1519170A	Paramètre / Seuil exigé par Arrêté du 12 Décembre 2014 BD "conditions d'admission des déchets inertes" DEVP1412523A	Paramètre / Seuil exigé par Arrêté 15 février 2016 SDND "Installations de stockage de déchets non dangereux" DEVP1519168A	Paramètre / Seuil exigé par Arrêté du 30 décembre 2002 (SDO) relatif au stockage de déchets dangereux				
		Naye 1	Naye 2	Naye 3	Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10	Naye 11-Eduse	Naye 4	Naye 5	Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9	Naye 10																					
Analyses physiques sur contenu total																																								
Granulométrie																																								
Graviers >2mm	% MV	0	0	NR	0	0	0	0	0	0	NR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0											
Sables grossiers 500-200µm	% MV	34,9	26,5	NR	7,6	31	4,7	4,7	3,4	0	NR	3,76	16,44	4,08	4,06	9,24	1,02	0,25	24,01	56,89																				
Sables moyens 200-500µm	% MV	57,37	41,9	NR	20,7	22,1	13,7	12,1	8,5	0,2	1	NR	7,64	30,66	14,56	8,51	6,49	1,26	2,35	8,24	5,9																			
Sables fins 63-200µm	% MV	4,46	16,4	NR	30,4	19,5	30,9	29,9	19,5	13,6	14,2	NR	20,5	25,34	28,17	27,6	15,54	9,62	8,79	8,61	3,93																			
Limons/Silts 2-63 µm	% MV	2,57	12,61	NR	35,08	23,35	43,37	46,42	59,45	75,6	73,5	NR	63,13	25,57	49,6	55,94	64,01	81,19	82,17	53,91	30,34																			
Argiles <2mm	% MV	0,7	2,59	NR	6,22	4,05	7,33	6,88	9,15	10,6	11,3	NR	4,97	1,99	3,59	3,89	4,72	6,91	6,44	5,23	2,94																			
Physico-chimie																																								
Matière sèche	%	77,9	82,1	NR	62	73	57,2	58,9	51,4	40,8	44,3	NR	54,5	71,5	60,9	62,9	55,9	48,3	54,4	69,1	64,9																			
Masse volumique	g/cm³	1,77	1,8	NR	1,81	1,7	1,61	1,56	1,54	1,33	1,39	NR	1,62	1,88	1,75	1,71	1,64	1,64	1,71	1,89	1,34																			
pH	unité pH	8,2	8,3	NR	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,5	8,2	NR	8,8	8,9	9,1	9,1	9,3	9,1	9,0	9,0	9,1																			
Carbone Organique Total	g(C)/kg sec	10	7	NR	14	6	16	11	14	19	17	NR	9,57	5,19	8,24	7,75	11,2	17,2	16,2	20,3	17,4																			
Contaminants																																								
Métaux																																								
Arsenic (As)	mg/kg M.S.	7,7	6,3	NR	6,3	7,8	6,4	6,6	9,5	12	11	NR	10,9	4,93	5,08	6,4	6,57	11,3	11,1	15,6	9,58																			
Cadmium (Cd)	mg/kg M.S.	<0,4	<0,4	NR	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	NR	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	<0,4	1,25	0,98																			
Chromes (Cr)	mg/kg M.S.	15,8	15,2	NR	26,6	24,8	26,6	24,8	29,5	37,9	37	NR	19,9	14,1	19,3	17,5	20,8	29,5	28,7	44,5	26,8																			
Cuivre (Cu)	mg/kg M.S.	<15	<15	NR	<15	19	<15	<15	25,5	35,5	32	NR	13,4	13,2	9,7	15,6	23,6	54,3	47,8	121	122																			
Mercurure (Hg)	mg/kg M.S.	0,011	0,047	NR	0,118	0,122	0,079	0,164	0,149	0,181	0,216	NR	0,25	<0,10	0,48	0,19	0,14	0,44	0,76	187	4,16																			
Nickel (Ni)	mg/kg M.S.	7,6	7,7	NR	14,9	14,1	15	13,4	15,9	21,7	20,9	NR	11,5	8,45	11,6	10,2	11,7	17,6	17,1	22,1	12,5																			
Plomb (Pb)	mg/kg M.S.	9,5	7,6	NR	12,4	12	14,1	13,8	19,6	27,7	27	NR	15,1	9,18	14,5	12,7	17	33,4	35,3	59,4	54,6																			
Zinc (Zn)	mg/kg M.S.	<50	<50	NR	59,6	82,4	62,4	60,9	82	109,6	112,2	NR	48,9	31,3	51,6	46	61,3	142	113	345	324																			
PCB																																								
PCB totaux (7 congénères)	µg/kg M.S.	0,00	0,00	NR	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01	NR	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,02	0,18																			
PCB 28	µg/kg M.S.	<1	<1	NR	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	NR	<1	<1	<1	<1	<1	<1	1,1	<1	<1																			
PCB 52	µg/kg M.S.	<1	<1	NR	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	NR	<1	<1	<1	<1	<1	<1	2,1	2,6	8																			
PCB 101	µg/kg M.S.	<1	<1	NR	<1	<1	<1	1,1	1,7	1,5	1,1	NR	<1	<1	<1	<1	<1	<1	3,1	2,7	2,6																			
PCB 118	µg/kg M.S.	<2	<2	NR	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	NR	<1	<1	<1	<1	<1	<1	2,1	3,1	20																			
PCB 138	µg/kg M.S.	<1	<1	NR	<1	<1	<1	1,5	1,9	1,2	1,2	NR	<1	<1	<1	<1	<1	1,3	3,7	4,9	55																			
PCB 153	µg/kg M.S.	<2	<2	NR	<2	<2	<2	2,5	5,5	3,2	2,8	NR	<1	<1	<1	<1	<1	1,7	5	5,9	57																			
PCB 180	µg/kg M.S.	<1	<1	NR	<1	<1	<1	3,1	1,3	1,1	NR	<1	<1	<1	<1	<1	<1	2,1	4,5	33																				
HAP																																								
HAP sur prélèvements bruts																																								
HAP totaux	µg/kg M.S.	0,2	0,3	NR	1,2	0,5	0,7	0,6	1,0	1,0	1,1	NR	0,3	0,5	0,9	0,8	2,2	1,9	3,9	5,0	3,3																			
Acénaphthène	µg/kg M.S.	<2	<2	NR	33	6	4	6	9	6	8	NR	7,2	5,7	12	15	31	24	32	61	100																			
Acénaphthylène	µg/kg M.S.	2	3	NR	4	<1	3	2	2	3	3	NR	<2,2	6,8	4,8	5,4	5,6	9,3	11	19	17																			
Anthracène	µg/kg M.S.	5	8	NR	29	5	16	14	18	13	16	NR	16	28	44	32	49	41	1100	110	100																			
Benzo(a)-anthracène	µg/kg M.S.	20	27	NR	115	45	69	59	102	88	104	NR	25	37	79	80	220	150	240	360	220																			
Benzo(a)pyrène	µg/kg M.S.	15	21	NR	96	49	69	56	99	91	108	NR	28	38	86	98	240	200	320	610	330																			
Benzo(b)fluoranthène	µg/kg M.S.	17	26	NR	125	75	82	75	138	140	159	NR	39	43	120	120	310	300	400	680	360																			
Benzo(k)fluoranthène	µg/kg M.S.	7	10	NR	52	26	31	29	57	54	62	NR	21	20	64	52	130	180	200	290	130																			
Benzo(ghi)Pérylène	µg/kg M.S.	8	11	NR	51	33	32	35	58	61	69	NR	23	25	57	68	150	170	230	370	200																			
Chrysène	µg/kg M.S.	20	28	NR	125	57	73	65	110	100	118	NR	25	35	72	60	190	130	210	410	240																			
Benzo(a,h)anthracène	µg/kg M.S.	3	3	NR	16	9	10	10	17	17	20	NR	8,7	10	25	27	64	67	85	170	89																			
Fluoranthène	µg/kg M.S.	41	55	NR	177	63	97	68	122	115	120	NR	44	75	85	11	250	170	270	660	450																			
Fluorène	µg/kg M.S.	3	4	NR	25	4	6	7	11	8	10	NR	7,1	8,4	11	11	20	18	31	61	87			</																

4.5. Résultats pour la zone de l'écluse

3 échantillons moyens ont été réalisés à des fins d'analyses pour la zone de l'écluse :

- ▶ EM11a
- ▶ EM11b
- ▶ EM11M (EM11a+EM11b) pour la réalisation des test H14 et d'embryotoxicité.

Les résultats détaillés des analyses sont reportés en annexes 2 et 3.

4.5.1. Paramètres de constitution

4.5.1.1. Granulométrie

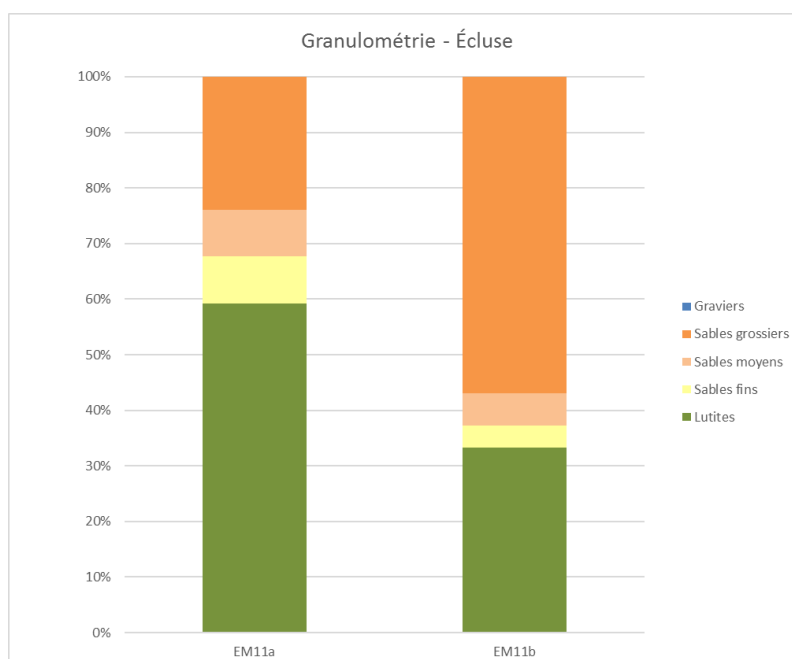
Le tableau ci-dessous présente les résultats de granulométrie laser pour les échantillons de la zone de l'écluse. La composition granulométrique est également présentée sous forme d'histogramme ci-après.

			EM11a	EM11b
		Classification granulométrique (% masse volumique)		
Graviers		>2mm	0	0
Sables	Sables grossiers	500-2000µm	24.01	56.89
	Sables moyens	200-500µm	8.24	5.9
	Sables fins	63-200µm	8.61	3.93
Pélites	Limons/Silts	2-63µm	53.91	30.34
Lutites	Argiles	<2µm	5.23	2.94

Tableau 14 : granulométrie de la zone de l'écluse

Les échantillons EM11a et EM11b sont très différents l'un de l'autre. L'échantillon EM11a est principalement constitué d'éléments très fins avec 53,91% de pélites.

A contrario, l'échantillon EM11b est constitué principalement de sables grossiers à 56,89%.



Graphique 2 : composition granulométrique – Écluse

4.5.1.2. Physico-chimie

La constitution physico-chimique est présentée dans le tableau suivant.

Ecluse			EM11a	EM11b
Constitution	Matière sèche	%	69.1	64.9
	Masse Volumique	g/cm ³	1.89	1.34
	Nitrate	mg/kg sec	45.2	<20
	Nitrite	mg/kg sec	<20	<20
	Azote Kjeldahl	g/kg sec	1.6	1.6
	Azote Global	g/kg sec	1.61	1.6
	Ammonium	mg NH ₄ /kg sec	128	37.7
	COT	g(C)/kg sec	20.3	17.4

Tableau 15 : constitution physico-chimique – Écluse

La teneur en matière sèche est très similaire entre les deux échantillons. Elle varie de 64,9 et 69,1%.

La concentration en COT (Carbone Organique Total) est comprise entre 20,3 et 17,4 g/kg sec. Ces teneurs sont en-deçà de la moyenne nationale qui est de 26 g/kg¹.

¹ Source : INERIS, 2010, *Qualité chimique des sédiments marins en France : Synthèse des bases de données disponibles* - <https://www.ineris.fr/sites/ineris.fr/files/contribution/Documents/drc-10-105335-11618a-onema-avec-couv.pdf>

4.5.2. Contaminants métalliques

Les concentrations en éléments traces métalliques réglementaires sont précisées dans le tableau suivant.

Ecluse			EM11a	EM11b	seuils immersion	
					N1	N2
Micropolluants minéraux	Métaux		Arrêté du 09/08/2006 modifié			
	Arsenic	mg/kg sec	15.6	9.58	25	50
	Cadmium	mg/kg sec	1.25	0.98	1.2	2.4
	Chrome	mg/kg sec	44.5	26.8	90	180
	Cuivre	mg/kg sec	121	122	45	90
	Mercure	mg/kg sec	187	4.16	0.4	0.8
	Nickel	mg/kg sec	22.1	12.5	37	74
	Plomb	mg/kg sec	59.4	54.6	100	200
	Zinc	mg/kg sec	345	324	276	552

Tableau 16 : Eléments trace métalliques – Écluse

Sur les deux échantillons EM11a et EM11b, on note un dépassement important de N2 en Cuivre et surtout en Mercure, et un dépassement de N1 pour le paramètre Zinc. Le cadmium est tout juste au-dessus de N1 pour Em11a.

4.5.3. Contaminants organiques

4.5.3.1. Polychlorobiphényles (PCB)

Les PCB sont des polluants organiques persistants – ils se désagrègent très peu et s'accumulent dans l'environnement. Leur production et utilisation est interdite depuis 1987.

La production industrielle des polychlorobiphényles a commencé en 1929. Une large utilisation de ces produits, comme liquides diélectriques ou fluides caloporteurs dans les lubrifiants, peintures, vernis, adhésifs, plastiques, découlait directement de leurs propriétés physiques et chimiques particulières (Marchand *et al.*, 1990).

REGION BRETAGNE - VILLE DE SAINT-MALO
LOT1 - MS3 : ÉTUDE QUALITE DES SEDIMENTS

Ecluse			EM11a	EM11b	seuils immersion	
					N1	N2
Micropolluants organiques	Polychlorobiphényles (PCB)			Arrêté du 09/08/2006 modifié		
	n°28	µg/kg sec	<1	<1	5	10
	n°52	µg/kg sec	2.6	7.8	5	10
	n°101	µg/kg sec	2.7	2.6	10	20
	n°118	µg/kg sec	3.1	20	10	20
	n°138	µg/kg sec	4.9	55	20	40
	n°153	µg/kg sec	5.9	57	20	40
	n°180	µg/kg sec	4.5	33	10	20

Tableau 17 : PCB – Écluse

Pour l'échantillon EM11a, toutes les teneurs sont inférieures à N1.

Pour l'échantillon EM11b, on observe des teneurs supérieures à N1 et à N2 démontrant un certain niveau de contamination.

4.5.3.2. Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)

Les HAP sont des constituants naturels du charbon et du pétrole ou proviennent de la combustion incomplète de matières organiques (carburants, bois, tabac).

Ecluse			EM11a	EM11b	seuils immersion	
					N1	N2
Micropolluants organiques	Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)			Arrêté du 09/08/2006 modifié		
	Acénaphène	µg/kg sec	61	100	15	260
	Acénaphylène	µg/kg sec	19	17	40	340
	Anthracène	µg/kg sec	110	100	85	590
	Benzo(a)anthracène	µg/kg sec	360	220	260	930
	Benzo(a)pyrène	µg/kg sec	610	330	430	1015
	Benzo(b)fluoranthène	µg/kg sec	680	360	400	900
	Benzo(k)fluoranthène	µg/kg sec	290	130	200	400
	Benzo(ghi)pérylène	µg/kg sec	370	200	1700	5650
	Chrysène	µg/kg sec	410	240	380	1590
	Benzo(ah)anthracène	µg/kg sec	170	89	60	160
	Fluoranthène	µg/kg sec	660	450	600	2850
	Fluorène	µg/kg sec	61	87	20	280
	Indéno(123-cd)pyrène	µg/kg sec	350	180	1700	5660
	Naphtalène	µg/kg sec	36	60	160	1130
	Phénanthrène	µg/kg sec	360	320	240	870
Pyrène	µg/kg sec	500	410	500	1500	

Tableau 18 : HAP – Écluse

L'échantillon EM11a présente un dépassement de N1 sur 11 composés et un dépassement de N2 sur le paramètre Benzo(ah)anthracène (dépassement de 10 µg/kg sec du seuil de 160 µg/kg sec).
 L'échantillon EM11b présente un dépassement de N1 sur 5 composés.

Une contamination en HAP est observée dans les sédiments de l'écluse avec plusieurs dépassements de N1 et un dépassement de N2 (Benzo(ah)anthracène).

4.5.3.3. Hydrocarbures (indice HAP et BTEX)

Ecluse		EM11a	EM11b	Paramètres/seuil exigés par:		
				Arrêté du 12 décembre 2014 ISDI "conditions d'admission des déchets inertes"	Arrêté 15 février 2016 "installation de stockage de déchets de sédiments"	Arrêté du 30 décembre 2016 ISDD "relatif au stockage de déchets dangereux"
	Indice hydrocarbures C10-C40	mg/kg sec	325	55	500	50 000
Composés benzéniques	Benzène	µg/kg sec	<100	<100		
	Toluène	µg/kg sec	<200	<200		
	Ethylbenzène	µg/kg sec	<200	<200		
	Xylène-ortho	µg/kg sec	<200	<200		
	Xylène (méta+para)	µg/kg sec	<200	<200		
	Somme BTEX	µg/kg sec	300	300	6000	

Tableau 19 : HCT et BTEX – Écluse

Aucune contamination en hydrocarbures C10-C40 ou BTEX n'est observée dans les sédiments de l'écluse.

4.5.3.4. Organostanniques (TBT et dérivés)

Dans la famille des organostanniques, le tributylétain (TBT) est le composé autrefois utilisé comme agent actif dans les peintures anti-salissures. Son usage est aujourd'hui interdit mais ce composé est persistant. Les DBT et MBT, respectivement di- et monobutylétain, sont les produits de dégradation successive.

Ecluse		EM11a	EM11b	seuils immersion	
				N1	N2
Micropolluants organiques	Organostannique			Arrêté du 09/08/2006 modifié	
	TBT	µg/kg sec	927	317	100 / 400
	MBT	µg/kg sec	40	37	
	DBT	µg/kg sec	141	98	

Tableau 20 : TBT – Écluse

Les teneurs en TBT sont supérieures à N1 sur EM11b et à N2 sur EM11a.

Une contamination notable en TBT est observée dans les sédiments de l'écluse.

4.5.4. Analyse sur lixiviat

Les résultats des analyses sur lixiviat sont présentés dans le tableau suivant.

Ecluse			EM11a	EM11b	Paramètres/seuil exigés par:		
					Arrêté du 12 décembre 2014 ISDI "conditions d'admission des déchets inertes"	Arrêté 15 février 2016 "installation de stockage de déchets de sédiments"	Arrêté du 30 décembre 2016 ISDD "relatif au stockage de déchets dangereux"
Caractéristiques physiques	Matières sèches	%	69,1	64,9			
	pH	unité pH	8,8	8,7		6	
	Conductivité à 25°C	µS/cm	3710	3450			
Analyse sur lixiviat	COT	mg/kg sec	160	170	500	800	1 000
	Fraction soluble	mg/kg sec	21 400	23 600	4 000	60 000	100 000
	Fluorures	mg/kg sec	9,8	7,7	10	150	500
	Chlorures	mg/kg sec	10 700	9 830	800	15 000	25 000
	Sulfates	mg/kg sec	885	2 190	1 000	20 000	50 000
	Phénols	mg/kg sec	<0.50	<0.50	1		1 000
Métaux lourds sur lixiviats	Antimoine	mg/kg sec	0,022	0,026	0,06	0,7	5
	Arsenic	mg/kg sec	<0.2	<0.2	0,5	2	25
	Baryum	mg/kg sec	<0.10	0,48	20	100	300
	Cadmium	mg/kg sec	<0.002	<0.002	0,04	1	5
	Chrome	mg/kg sec	<0.10	<0.10	0,5	10	70
	Cuivre	mg/kg sec	0,24	0,38	2	25	100
	Mercure	mg/kg sec	0,004	<0.001	0,01	0,2	2
	Molybdène	mg/kg sec	0,76	0,36	0,5	10	30
	Nickel	mg/kg sec	<0.10	<0.10	0,4	10	40
	Plomb	mg/kg sec	<0.10	0,22	0,5	10	50
	Sélénium	mg/kg sec	<0.01	<0.01	0,1	0,5	7
	Zinc	mg/kg sec	<0.2	<0.2	4	50	200

Tableau 21 : résultat des analyses sur lixiviat – Écluse

Il apparaît des dépassements de seuils d'admission en ISDI, sur les deux échantillons pour la fraction soluble, les chlorures, et également les sulfates pour EM11b.

Un dépassement du seuil ISDI est observé pour le Molybdène sur EM11a.

Pour les autres composés disposant d'un seuil, aucun dépassement n'est mesuré.

Lorsqu'il s'agit de sédiments marins, les teneurs en chlorures des lixiviats sont habituellement dépassées compte-tenu du sel contenu dans l'eau de mer.

Par ailleurs, l'arrêté du 12 décembre 2014 précise que « *si le déchet ne respecte pas au moins une des valeurs fixées pour le chlorure, le sulfate ou la fraction soluble, le déchet peut être encore jugé conforme aux critères d'admission s'il respecte soit les valeurs associées aux chlorures et au sulfate, soit celle associée à la fraction soluble* ». Ce n'est pas le cas du lixiviat des échantillons prélevés dans l'écluse.

S'il était envisagé une évacuation des déblais en installation de stockage, il s'agirait alors d'une installation de stockage de déchets de sédiments.

4.5.5. Test H14

Les essais d'écotoxicologie – critère HP14 – sont destinés à évaluer le caractère écotoxique des sédiments destinés à une gestion à terre.

Pour la zone de l'écluse, un échantillon moyen (nommé EM11M) a été constitué à partir des échantillons EM11a et EM11b.

Ecluse			Moyen EM11 (a+b)	
Test germination et croissance Avena sativa sur sédiment dilué à 10%		Inhibition de la croissance Avoine (Avena sativa)	CE50	35,2%
		Inhibition de la germination Avoine (Avena sativa)	CE50 interprétation	0 Non écotoxique
test H14 sur sédiment	test microtox (Vibrio fisheri)	conductivité à 25°C	µS/cm	2760
		pH	unité pH	7,9
		O2	mg(O2)/l	7,1
	test microtox	CE50 en % interprétation	80 Non écotoxique	
test Brachionus calyciflorus sur éluat sédiment		Inhibition de la reproduction de Brachionus calyciflorus en 48h	CE50 en %	90
			interprétation	Non écotoxique

Tableau 22 : résultat des analyses H14 – Écluse

Le test H14 montre une absence d'écotoxicité de l'échantillon moyen EM11M.

4.5.6. Test embryotoxicité

Les tests d'embryotoxicité sur larves d'huitres sont destinés à évaluer le caractère écotoxique des sédiments destinés à une immersion en mer.

Pour la zone de l'écluse, un échantillon moyen (EM11M) a été constitué : EM11a+EM11b.

Ecluse		Moyen EM11(a+b)
Test embryotoxicité		
Larves D normales Témoin	%	81.2
CE 50	µg/l	9.9
Larves anormales 5 g/l ms	%	1.4
Larves au stade D 5g/l ms	%	100
Note Risque GEODRISK		0
toxicité		négligeable

Tableau 23 : résultat des analyses d'embryotoxicité – Écluse

Le test d'embryotoxicité sur larves d'huitres montre une toxicité négligeable avec une note de risque de 0 selon GEODRISK.

5. Conclusion

La campagne de prélèvement au Terminal du Naye en 2019 s'est déroulée sur la période estivale avec un échantillonnage des sédiments en surface pour toutes les stations à l'aide d'une benne Van Veen. L'absence de sédiment meuble en S3 et S11 n'a pas permis de pouvoir réaliser des analyses pour ces points.

A la suite des remarques des services de l'état qui désiraient analyser les sédiments des couches plus profondes (cotes de dragage), un carottier a été utilisé durant la campagne 2020. Les prélèvements pour la seconde campagne se sont déroulés en deux temps, une première partie sur la période hivernale (25 et 26 février) puis au printemps (27 et 28 mai). Pendant cette mission, la station 3 n'a pas été prélevée (pas d'échantillonnage en 2019) au même titre que les stations S1 et S2 en raison de la nature des fonds (substrat dur).

L'échantillonnage pour les deux campagnes a été rendu possible grâce à des embarcations qui disposaient d'une grue sur laquelle les instruments de prélèvement étaient suspendus (benne ou carottier).

De manière générale, l'évolution du gradient granulométrique est décroissant du large (principalement sableux) vers les bassins du terminal (augmentation de la fraction fine).

La contamination organique (COT) est modérée pour tous les points analysés durant les deux campagnes et on note une absence de contamination notable pour la majorité des paramètres mesurés (éléments traces métalliques et PCB).

En 2019, deux HAP dépassent le seuil N1 à la station S4 et le seuil N1 est dépassé pour le TBT à la station S8.

En 2020, il y a un dépassement (Acénaphène et autres composés) du seuil N1 pour les échantillons des stations NAYE7, NAYE8 et NAYE9. Sur l'échantillon NAYE10, il est observé un dépassement de N1 sur plusieurs composés et un dépassement de N2 pour le composé Anthracène. Une légère contamination en TBT est observée sur NAYE5 avec un léger dépassement de N1. Sur Naye9 et Naye10, le seuil N2 est dépassé.

La contamination microbiologique est variable selon les échantillons. L'interprétation des données microbiologiques est délicate dans le cas de prélèvement ponctuel comme ceux analysés durant la première campagne de 2019.

Pour cette même mission, l'analyse des lixiviats indique une compatibilité avec l'évacuation en :

- ISDI pour les échantillons S1 et S2 ;
- ISDND pour les échantillons S4, S5, S6, S7, S8, S10.
- ISDD pour l'échantillon S9.

En 2020, l'analyse des lixiviats indique que :

- l'ensemble des échantillons dépasse le seuil ISDI pour la fraction soluble et les chlorures. Vis-à-vis des chlorures, les échantillons NAYE4, NAYE7, NAYE8, NAYE9 et NAYE10 dépassent également le seuil Installation stockage sédiment ;
- 6 échantillons sur 7 dépassent le seuil ISDI vis-à-vis des sulfates ;
- des dépassements de seuils ISDI sont à noter pour le molybdène (Naye6, Naye7, Naye9 et Naye10).

Les tests d'écotoxicité H14 montrent qu'aucun des échantillons du Terminal du Naye ne présentent d'écotoxicité en 2019.

Concernant, la contamination bactérienne, aucune contamination n'est détectée d'après les analyses effectuées en 2020.

Les deux figures ci-après synthétises les différents résultats.

REGION BRETAGNE - VILLE DE SAINT-MALO
 LOT1 - MS3 : ÉTUDE QUALITE DES SEDIMENTS

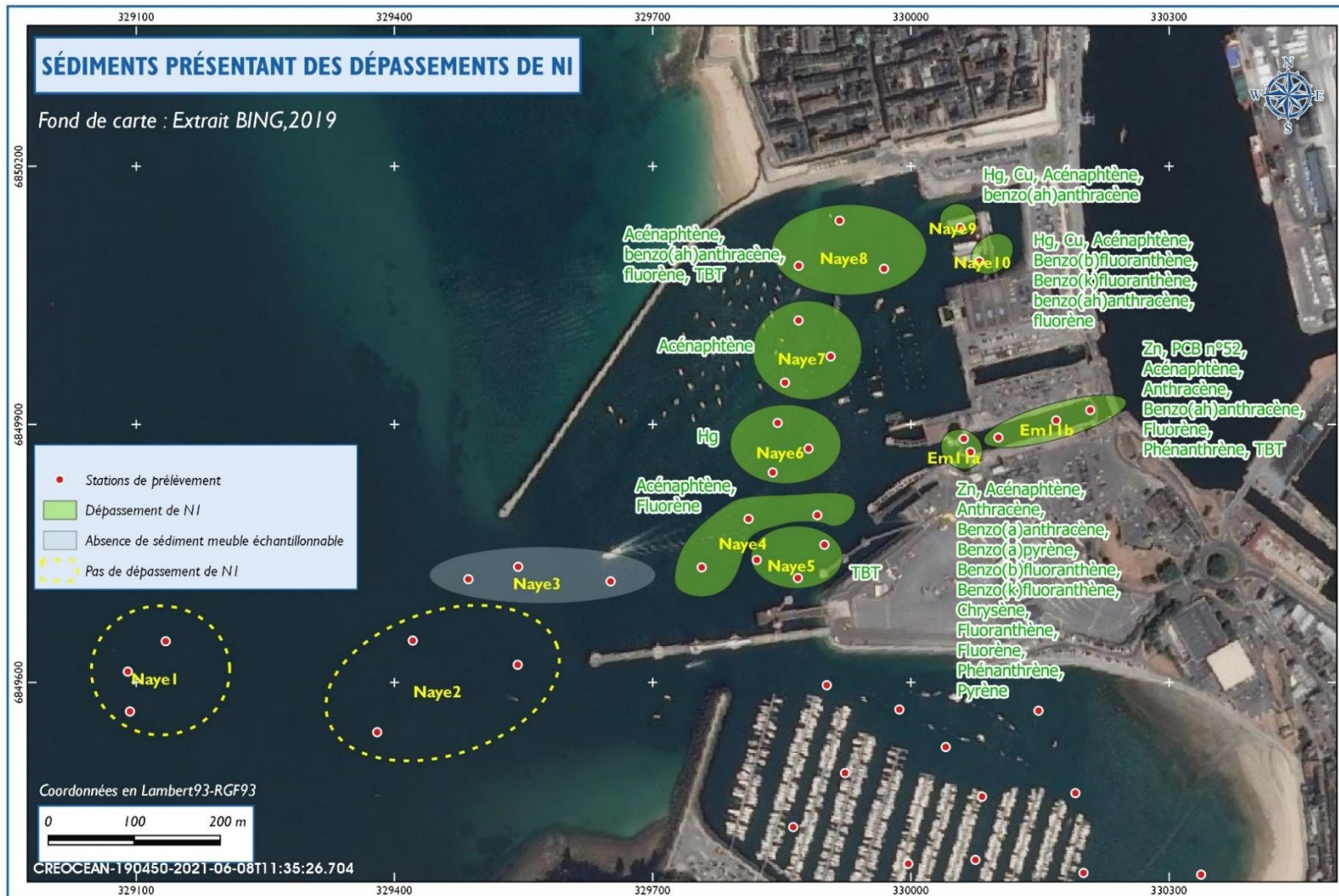


Figure 4 : Synthèse cartographique des résultats (comparé au seuil N1)

REGION BRETAGNE - VILLE DE SAINT-MALO
LOT1 - MS3 : ÉTUDE QUALITE DES SEDIMENTS

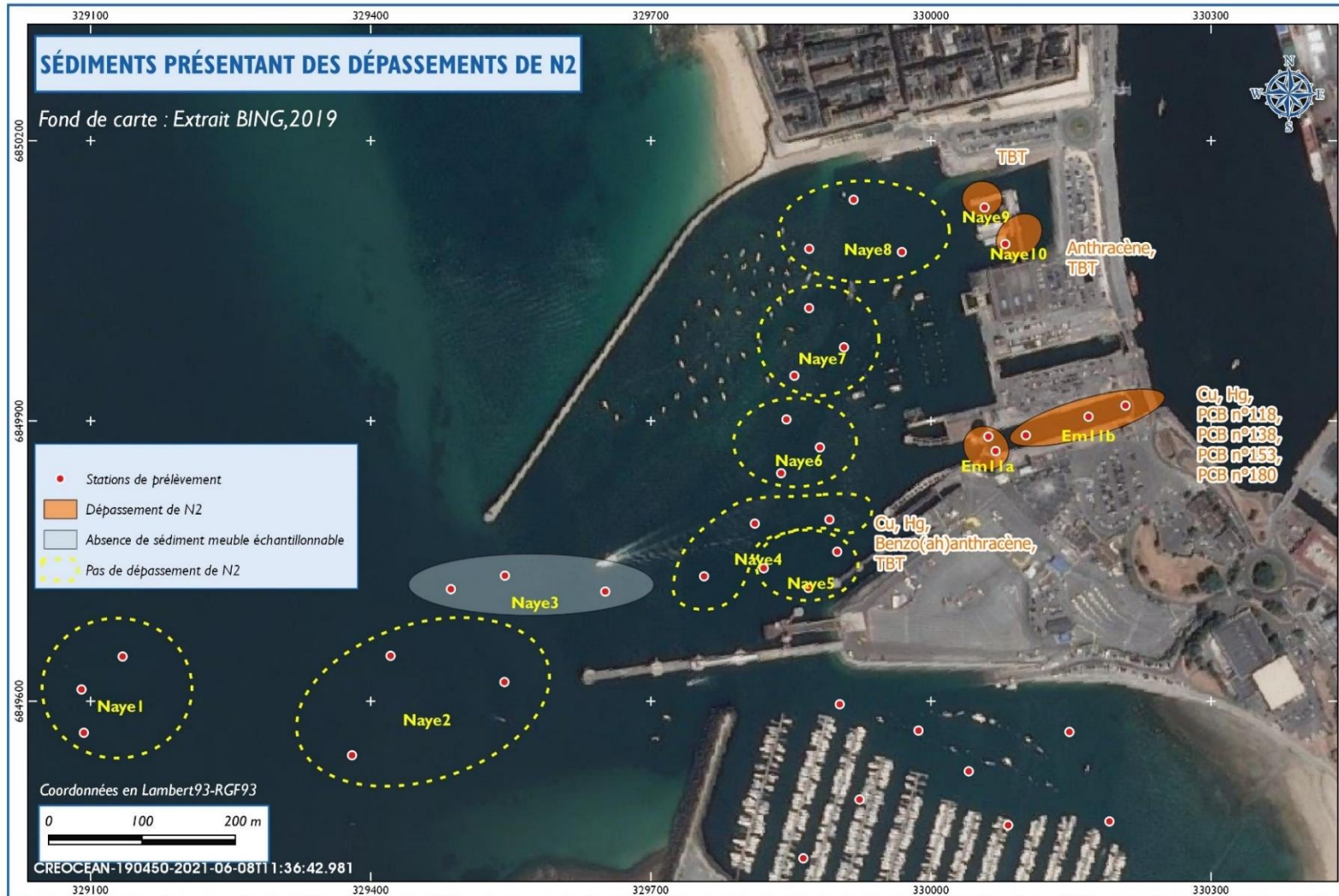


Figure 5 : Synthèse cartographique des résultats (comparé au seuil N1)

ANNEXES

ANNEXE 1 : SYNTHÈSE DES OPERATIONS

synthèse de l'intervention du 25 au 26/02/2020

N° échantillon	N° station	hauteur de sédiment à draguer	date	épaisseur prélevé	type de sédiment	observation	échantillon moyen	
Échantillon 6 (Naye6)	station 6a	0,4m	25/02/2020				confection d'un échantillon moyen pour analyse au laboratoire	
			6a1	0 à 0,45m	vase sableuse	conservation uniquement des 40 premiers cm		
				0,45 à 0,65m	sable	refus à 0,65m		
				6a2	0,5m	vase sableuse		conservation uniquement des 40 premiers cm
	6a3			0 à 0,5m	vase sableuse	conservation uniquement des 40 premiers cm		
				0,5 à 0,8m	vase sableuse			
		station 6b	3,9m	25/02/2020				
	6b1			1,0m	sable vaseux	refus		
	6b2			1,0m	sable vaseux	refus		
		station 6c	2,8m	25/02/2020				
	6c1			0,55m	vase	refus		
	6c2			0,7m	vase	refus		
			6c3	0,65m	vase et vase sableuse	refus		
Échantillon 7 (Naye7)	station 7a	0,1m	25/02/2020	0,1m	vase et sable vaseux	prélèvement à la benne (suite à accord de l'AMO)	confection d'un échantillon moyen pour analyse au laboratoire	
	station 7b	2,7m	25/02/2020	0 à 1m	sable vaseux			
				1 à 1,9m	vase et sable	refus		
	station 7c	3,2m	25/02/2020	7c1	0,8m	sable vaseux		refus
				7c2	0,7m	sable vaseux		refus
				7c3	0,55m	sable vaseux		refus
Échantillon 8 (Naye8)	station 8a	0,4m	26/02/2020			prélèvement à la benne (suite à accord de l'AMO)	confection d'un échantillon moyen pour analyse au laboratoire	
			8a1	remontée vide				
			8a2	remontée vide				
		8a3	remontée vide					
	station 8b	2,9m	25/02/2020	3 essais - échec				
			26/02/2020			prélèvement complémentaire à la benne (suite à accord de l'AMO)		
			8b1	remontée vide				
		8b2	0,35m	vase sableuse				
		8b3	0,2m	vase sableuse				
	station 8c	3,4m	26/02/2020	8c1	0,4m	sable vaseux		prélèvement complémentaire à la benne (suite à accord de l'AMO)
8c2				remontée vide				
8c3				0,3m	sable vaseux			
Échantillon 9 (Naye9)		1,0m	25/02/2020					
			essai 1	remontée vide				
			essai 2	remontée vide				
			essai 3	remontée vide				
		essai 4	remontée vide					
		26/02/2020						
		9-1	1,0m	vase noire				
		9-2	0,6m	vase noire				
	9-3	0,65m	vase noire					
	9-4	0,92m	vase noire					
Échantillon 10 (Naye10)		0,5m	26/02/2020				confection d'un échantillon moyen pour analyse au laboratoire (accord AMO)	
			10-1	remontée vide	vase liquide			
			10-2	remontée vide	vase liquide			
			10-3	0,9m	vase noire			
			10-4	0,65m	vase noire			
			10-5	1,0m	vase noire			
			10-6	0,45m	vase noire			
10-7	0,95m	vase noire						

synthèse de l'intervention du 27 au 28/05/2020

N° échantillon	N° station	hauteur de sédiment à draguer	date	épaisseur prélevé	type de sédiment	observation	échantillon moyen
Naye 5	5c	2.2 m	28/05/2020			48°38.498' N - 2°01.633' W (coord. Finale)	confection d'un échantillon moyen pour analyse au laboratoire
			5c1	échec	carotte vide	dur+caillou	
			5c2	échec	carotte vide	on change de position	
			5c3	échec	carotte vide	on déplace le point	
			benne	3 fois	difficile		
	5c4	0.1 m	vase+ caillou dur				
	5 b	1.2 m	28/05/2020			48°38.490' N - 2°01.632' W	
			5b1	<0.1 m	échec sable gris		
			5b2	0.55m	vase+ sable noir		
			5b3	1m	vase+sable au fond		
			5b4	0.35 m			
	5a		28/05/2020			48°38.528' N - 2°01.605' W (coord. Finale)	
			5a1	échec	carotte vide		
			5a2	échec	carotte vide		
			5a3				
benne			2 essais		gros cailloux, pavés (photo), on déplace le point		
		benne 2 essai		caillou+ 1 échec			
				appelle Laura Berger et validation échantillon moyen avec 5c+5b			
Naye 4	4c	0.6 m	28/05/2020			48°38.506' N - 2°01.726' W (coord. Finale)	confection d'un échantillon moyen pour analyse au laboratoire
			4c1	échec	carotte vide		
			4c2	échec	carotte vide		
			benne	vide		on déplace le point	
			4c3	échec	carotte vide		
	4c4	échec	carotte vide				
			benne		5 bennes réalisées pour avoir une quantité correcte de sédiment		
	4b	0.7 m	28/05/2020			48°38.526' N - 2°01.673' W	
			benne			pour voir le sédiment en place	
			4b1	0.5 m	vase		
			4b2	0.85 m	vase		
	4a	0.2 m	28/05/2020			48°38.540' N - 2°01.619' W	
			benne			plusieurs échecs	

**ANNEXE 2 : RESULTATS D'ANALYSES POUR LES ECHANTILLONS
DE LA CAMPAGNE DE FEVRIER 2020**

CREOCEAN
Jerôme DAVIGNON

4 Rue Viviani – CS 26220

44262 NANTES CEDEX 2

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

Coordinateur de Projets Clients : Alexandra Scherrer / AlexandraScherrer@eurofins.com / +003 8802 5186

N° Ech	Matrice		Référence échantillon
003	Sédiments	(SED)	Naye 6
004	Sédiments	(SED)	Naye 7
005	Sédiments	(SED)	Naye 8
006	Sédiments	(SED)	Naye 9
007	Sédiments	(SED)	Naye 10

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

003**Naye 6****SED**

03/03/2020

3.9°C

004**Naye 7****SED**

03/03/2020

3.9°C

005**Naye 8****SED**

03/03/2020

3.9°C

006**Naye 9****SED**

03/03/2020

3.9°C

Préparation Physico-Chimique

XXS06 : Séchage à 40°C

* - * - * - * -

LSA07 : Matière sèche % P.B.

* 60.9 * 62.9 * 55.9 * 48.3

XXS07 : Refus Pondéral à 2 mm % P.B.

* 11.0 * 5.72 * 22.6 * 26.8

LKX80 : Mise en solution KCl

- - - -

Mesures physiques

LS918 : Masse volumique sur échantillon brut g/cm³ 1.75 1.71 1.64 1.64

LS901 : Matières organiques à 500°C (= MVS Mat. Volatiles) % MS 4.2 4.1 4.8 8.0

LS995 : Perte au feu à 550°C % MS 5.03 4.77 6.72 8.82

LS4WH : Pourcentage cumulé 0.02 à 2 µm % * 3.60 * 3.89 * 4.72 * 6.91

LS4P2 : Pourcentage cumulé 0.02 à 20 µm % * 29.28 * 32.60 * 38.50 * 55.94

LSQK3 : Pourcentage cumulé 0.02 à 63 µm % * 53.19 * 59.83 * 68.73 * 88.10

LS3PB : Pourcentage cumulé 0.02 à 200 µm % * 81.36 * 87.43 * 84.27 * 97.72

LS9AT : Pourcentage cumulé 0.02 à 2000 µm % * 100.00 * 100.00 * 100.00 * 100.00

LS9AS : Fraction 2 - 20 µm % * 25.68 * 28.72 * 33.77 * 49.04

LSSKU : Fraction 20 - 63 µm % * 23.92 * 27.22 * 30.23 * 32.16

LS9AV : Fraction 63 - 200 µm % * 28.16 * 27.61 * 15.54 * 9.62

LS3PC : Fraction 200 - 2000 µm % * 18.64 * 12.57 * 15.73 * 2.28

Analyses immédiates

LSL4H : pH H2O

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon		003 Naye 6 SED	004 Naye 7 SED	005 Naye 8 SED	006 Naye 9 SED
Référence client :					
Matrice :					
Date de prélèvement :					
Date de début d'analyse :		03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020
Température de l'air de l'enceinte :		3.9°C	3.9°C	3.9°C	3.9°C

Analyses immédiates

LSL4H : pH H2O					
pH extrait à l'eau		9.1	9.1	9.3	9.1
Température de mesure du pH	°C	20	21	21	20

Indices de pollution

LS916 : Azote Kjeldahl (NTK)	g/kg M.S.	* 1.3	* 1.0	* 1.5	* 2.2
LS914 : Rapport COT/NTK		6.53	7.92	7.64	7.79
LS897 : Chrome (VI) soluble	mg/kg M.S.	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
LS1Z8 : Ammonium extrait au KCL (NH4)	mg NH4/kg M.S.	60.2	49.5	40.9	127
LSSKM : Carbone organique total (COT) par combustion sèche (Sédiments)	mg/kg M.S.	* 8240	* 7750	* 11200	* 17200

Métaux

XXS01 : Minéralisation eau régale - Bloc chauffant		* -	* -	* -	* -
LS862 : Aluminium (Al)	mg/kg M.S.	* 7690	* 7010	* 8690	* 12200
LS865 : Arsenic (As)	mg/kg M.S.	* 5.08	* 6.40	* 6.57	* 11.3
LS869 : Bore (B)	mg/kg M.S.	* 26.7	* 27.0	* 35.8	* 45.8
LS870 : Cadmium (Cd)	mg/kg M.S.	* <0.40	* <0.40	* <0.40	* <0.40
LS871 : Calcium (Ca)	mg/kg M.S.	146000	152000	151000	125000
LS872 : Chrome (Cr)	mg/kg M.S.	* 19.3	* 17.5	* 20.8	* 29.5
LS873 : Cobalt (Co)	mg/kg M.S.	5.36	4.76	5.60	7.91
LS874 : Cuivre (Cu)	mg/kg M.S.	* 19.7	* 15.6	* 23.6	* 54.3

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

003**Naye 6****SED**

03/03/2020

3.9°C

004**Naye 7****SED**

03/03/2020

3.9°C

005**Naye 8****SED**

03/03/2020

3.9°C

006**Naye 9****SED**

03/03/2020

3.9°C

Métaux

LS876 : Fer (Fe)	mg/kg M.S.	*	12700	*	11200	*	13400	*	22000
LS878 : Magnésium (Mg)	mg/kg M.S.		8190		7700		9090		10100
LS879 : Manganèse (Mn)	mg/kg M.S.	*	134	*	129	*	137	*	173
LS880 : Molybdène (Mo)	mg/kg M.S.	*	2.70	*	1.13	*	1.33	*	4.57
LS881 : Nickel (Ni)	mg/kg M.S.	*	11.6	*	10.2	*	11.7	*	17.6
LS882 : Phosphore (P)	mg/kg M.S.	*	524	*	497	*	569	*	850
LS883 : Plomb (Pb)	mg/kg M.S.	*	14.5	*	12.7	*	17.0	*	33.4
LS884 : Potassium (K)	mg/kg M.S.		4390		3630		4710		6400
LS894 : Zinc (Zn)	mg/kg M.S.	*	51.6	*	46.0	*	61.3	*	142
LSA09 : Mercuré (Hg)	mg/kg M.S.	*	0.48	*	0.19	*	0.14	*	0.44
LS931 : Cadmium (Cd)	mg/kg M.S.	*	0.22	*	0.15	*	0.16	*	0.36
LS934 : Chrome (Cr)	mg/kg M.S.	*	21.9	*	20.4	*	23.1	*	33.1
LSA6C : Oxyde de calcium (CaO)	mg/kg M.S.		204000		213000		212000		174000
LSA69 : Oxyde de magnésium (MgO)	mg/kg M.S.		13600		12800		15100		16700
LSA6A : Oxyde de potassium (K2O)	mg/kg M.S.		5290		4370		5680		7710
LSA6B : Phosphore total (P2O5)	mg/kg M.S.		1200		1140		1300		1950
LSA4H : Somme Cr, Cu, Ni, Zn	mg/kg M.S.		102		89.3		117		243

Hydrocarbures totaux

LS919 : Hydrocarbures totaux (4 tranches) (C10-C40)									
Indice Hydrocarbures (C10-C40)	mg/kg M.S.	*	81.0	*	70.2	*	87.2	*	419

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon		003	004	005	006
Référence client :		Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9
Matrice :		SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :		03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020
Date de début d'analyse :		3.9°C	3.9°C	3.9°C	3.9°C
Température de l'air de l'enceinte :					

Hydrocarbures totaux
LS919 : **Hydrocarbures totaux (4 tranches)****(C10-C40)**

		003	004	005	006
HCT (nC10 - nC16) (Calcul)	mg/kg M.S.	5.32	6.99	6.85	26.5
HCT (>nC16 - nC22) (Calcul)	mg/kg M.S.	14.6	12.4	14.1	105
HCT (>nC22 - nC30) (Calcul)	mg/kg M.S.	31.1	26.4	33.5	175
HCT (>nC30 - nC40) (Calcul)	mg/kg M.S.	29.9	24.5	32.7	113

Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)
LSA33 : **Hydrocarbures Aromatiques****Polycycliques (16 HAPs)**

		003	004	005	006
Naphtalène	mg/kg M.S.	* 0.013	* 0.012	* 0.02	* 0.022
Acénaphthylène	mg/kg M.S.	* 0.0048	* 0.0054	* 0.0056	* 0.0093
Acénaphthène	mg/kg M.S.	* 0.012	* 0.015	* 0.031	* 0.024
Fluorène	mg/kg M.S.	* 0.011	* 0.011	* 0.02	* 0.018
Phénanthrène	mg/kg M.S.	* 0.051	* 0.058	* 0.13	* 0.1
Anthracène	mg/kg M.S.	* 0.044	* 0.032	* 0.049	* 0.041
Fluoranthène	mg/kg M.S.	* 0.085	* 0.11	* 0.25	* 0.17
Pyrène	mg/kg M.S.	* 0.083	* 0.1	* 0.23	* 0.19
Benzo(a)-anthracène	mg/kg M.S.	* 0.079	* 0.08	* 0.22	* 0.15
Chrysène	mg/kg M.S.	* 0.072	* 0.06	* 0.19	* 0.13
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg M.S.	* 0.12	* 0.12	* 0.31	* 0.3
Benzo(k)fluoranthène	mg/kg M.S.	* 0.064	* 0.052	* 0.13	* 0.18
Benzo(a)pyrène	mg/kg M.S.	* 0.086	* 0.098	* 0.24	* 0.2
Dibenzo(a,h)anthracène	mg/kg M.S.	* 0.025	* 0.027	* 0.064	* 0.067
Benzo(ghi)Pérylène	mg/kg M.S.	* 0.057	* 0.068	* 0.15	* 0.17

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon		003	004	005	006
Référence client :		Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9
Matrice :		SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :					
Date de début d'analyse :		03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020
Température de l'air de l'enceinte :		3.9°C	3.9°C	3.9°C	3.9°C

Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)
LSA33 : Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (16 HAPs)

Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	mg/kg M.S.	* 0.061	* 0.063	* 0.14	* 0.15
Somme des HAP	mg/kg M.S.	0.87	0.91	2.2	1.9

LSA39 : Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (3)

Fluoranthène	mg/kg M.S.	* 0.085	* 0.11	* 0.25	* 0.17
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg M.S.	* 0.12	* 0.12	* 0.31	* 0.3
Benzo(a)pyrène	mg/kg M.S.	* 0.086	* 0.098	* 0.24	* 0.2

Polychlorobiphényles (PCBs)
LSA42 : PCB congénères réglementaires (7)

PCB 28	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
PCB 52	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
PCB 101	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
PCB 118	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
PCB 138	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* 0.0013
PCB 153	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* 0.0017
PCB 180	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
SOMME PCB (7)	mg/kg M.S.	0.0035	0.0035	0.0035	0.0055

LS3U7 : PCB 28

mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
------------	----------	----------	----------	----------

LS3UB : PCB 52

mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
------------	----------	----------	----------	----------

LS3U8 : PCB 101

mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
------------	----------	----------	----------	----------

LS3U6 : PCB 118

mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
------------	----------	----------	----------	----------

LS3U9 : PCB 138

mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* 0.0013
------------	----------	----------	----------	----------

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon		003	004	005	006
Référence client :		Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9
Matrice :		SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :					
Date de début d'analyse :		03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020
Température de l'air de l'enceinte :		3.9°C	3.9°C	3.9°C	3.9°C

Polychlorobiphényles (PCBs)

LS3UA : PCB 153	mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	0.0017
LS3UC : PCB 180	mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
LSFEH : Somme PCB (7)	mg/kg M.S.		0.004		0.004		0.004		0.006

Composés Volatils

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

Organoétains

LS2GK : Dibutylétain cation-Sn (DBT)	µg Sn/kg M.S.	*	17	*	16	*	13	*	86
LS2GL : Tributylétain cation-Sn (TBT)	µg Sn/kg M.S.	*	37	*	28	*	25	*	210
LS2IJ : Tétra-butylétain -Sn (TeBT)	µg Sn/kg M.S.		<10		<10		<10		<10
LS2IK : Monobutylétain cation-Sn (MBT)	µg Sn/kg M.S.	*	13	*	8.3	*	6.8	*	61
LS2IL : Triphénylétain cation-Sn (TPhT)	µg Sn/kg M.S.	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0
LS2IM : MonoOctylétain cation-Sn (MOT)	µg Sn/kg M.S.	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0
LS2IN : DiOctylétain cation-Sn (DOT)	µg Sn/kg M.S.	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon		003	004	005	006
Référence client :		Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9
Matrice :		SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :					
Date de début d'analyse :		03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020
Température de l'air de l'enceinte :		3.9°C	3.9°C	3.9°C	3.9°C

Organoétains

LS2IP : Tricyclohexyletain cation-Sn (TcHexT)	µg Sn/kg M.S.	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0
-----------------------------------------------	---------------	---	------	---	------	---	------	---	------

Lixiviation

LSA36 : Lixiviation 1x24 heures			Fait	Fait	Fait	Fait
Lixiviation 1x24 heures						
Refus pondéral à 4 mm	% P.B.		5.1	2.5	2.2	10.1
XXS4D : Pesée échantillon lixiviation						
Volume	ml		950	950	950	950
Masse	g		101.8	107.2	99.3	101.6

Analyses immédiates sur éluat

LSQ13 : Mesure du pH sur éluat						
pH (Potentiel d'Hydrogène)			8.4	8.2	8.2	8.5
Température de mesure du pH	°C		22	21	22	21
LSQ02 : Conductivité à 25°C sur éluat						
Conductivité corrigée automatiquement à 25°C	µS/cm		4550	6250	5270	5750
Température de mesure de la conductivité	°C		21.7	21.2	21.7	21.0
LSM46 : Résidu sec à 105°C (Fraction soluble) sur éluat						
Résidus secs à 105 °C	mg/kg M.S.		24000	37200	36500	30900
Résidus secs à 105°C (calcul)	% MS		2.4	3.7	3.6	3.1

Indices de pollution sur éluat

LSM68 : Carbone Organique par oxydation (COT) sur éluat	mg/kg M.S.		140	180	290	470
LS04Y : Chlorures sur éluat	mg/kg M.S.		13500	18600	16000	19000

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon		003	004	005	006
Référence client :		Naye 6	Naye 7	Naye 8	Naye 9
Matrice :		SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :		03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020	03/03/2020
Date de début d'analyse :		3.9°C	3.9°C	3.9°C	3.9°C
Température de l'air de l'enceinte :					

Indices de pollution sur éluat

LSN71 : Fluorures sur éluat	mg/kg M.S.	6.88	8.99	8.27	8.21
LS04Z : Sulfate (SO4) sur éluat	mg/kg M.S.	1700	2990	2220	1440
LSM90 : Indice phénol sur éluat	mg/kg M.S.	<0.51	<0.50	<0.51	<0.51

Métaux sur éluat

LSM04 : Arsenic (As) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20	<0.20	<0.20	<0.20
LSM05 : Baryum (Ba) sur éluat	mg/kg M.S.	0.19	0.22	0.16	0.22
LSM11 : Chrome (Cr) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
LSM13 : Cuivre (Cu) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20	<0.20	0.22	0.47
LSM19 : Molybdène (Mo) sur éluat	mg/kg M.S.	0.94	0.72	0.43	1.92
LSM20 : Nickel (Ni) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
LSM22 : Plomb (Pb) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
LSM35 : Zinc (Zn) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20	<0.20	<0.20	<0.20
LS04W : Mercure (Hg) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
LSM97 : Antimoine (Sb) sur éluat	mg/kg M.S.	0.015	0.029	0.014	0.03
LSN05 : Cadmium (Cd) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.002	<0.002	<0.002	0.002
LSN41 : Sélénium (Se) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.01	<0.01	<0.01	0.011

Sous-traitance | Eurofins Analyses Matériaux et Combustibles FR SAS
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec

Passant à 9 mm	%	99	100	99	100
Méthode		Lavage & tamisage voie sèche	Lavage & tamisage voie sèche	Lavage & tamisage voie sèche	Lavage & tamisage voie sèche

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creoccean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

003**Naye 6****SED**

03/03/2020

3.9°C

004**Naye 7****SED**

03/03/2020

3.9°C

005**Naye 8****SED**

03/03/2020

3.9°C

006**Naye 9****SED**

03/03/2020

3.9°C

Sous-traitance | Eurofins Analyses Matériaux et Combustibles FR SAS
**EM00M : Analyse granulométrique par tamisage
à sec**

		003 Naye 6 SED	004 Naye 7 SED	005 Naye 8 SED	006 Naye 9 SED
Passant à 125 mm	%	100	100	100	100
Passant à 100 mm	%	100	100	100	100
Passant à 80 mm	%	100	100	100	100
Passant à 63 mm	%	100	100	100	100
Passant à 50 mm	%	100	100	100	100
Passant à 40 mm	%	100	100	100	100
Passant à 31,5 mm	%	100	100	100	100
Passant à 25 mm	%	100	100	100	100
Passant à 20 mm	%	99	100	100	100
Passant à 14 mm	%	99	100	100	100
Passant à 10 mm	%	99	100	99	100
Passant à 5 mm	%	99	100	98	100
Passant à 2 mm	%	98	97	92	96
Passant à 1 mm	%	96	93	86	92
Passant à 400 µm	%	89	84	72	87
Passant à 80 µm	%	35	30	36	74

Sous-traitance | Eurofins Expertises Environnementales
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli

		003 Naye 6 SED	004 Naye 7 SED	005 Naye 8 SED	006 Naye 9 SED
Bactéries coliformes	NPP/10 g	<100	<100	<100	<100
Escherichia coli	NPP/10 g	<100	<100	<100	<100

**IY005 : Test sur embryon de
bivalve - Huitres**

g/kg M.S.	cf rapport	cf rapport	cf rapport	cf rapport
-----------	------------	------------	------------	------------

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

003
Naye 6
SED
004
Naye 7
SED
005
Naye 8
SED
006
Naye 9
SED

03/03/2020

03/03/2020

03/03/2020

03/03/2020

3.9°C

3.9°C

3.9°C

3.9°C

Sous-traitance | Eurofins Expertises Environnementales

 IY00A : **Entérocoques
microplaque**

NPP/g

<56

<56

<56

<56

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon	007
Référence client :	Naye 10
Matrice :	SED
Date de prélèvement :	
Date de début d'analyse :	03/03/2020
Température de l'air de l'enceinte :	3.9°C

Préparation Physico-Chimique

XXS06 : Séchage à 40°C		*	-
LSA07 : Matière sèche	% P.B.	*	54.4
XXS07 : Refus Pondéral à 2 mm	% P.B.	*	1.99
LKX80 : Mise en solution KCl			-

Mesures physiques

LS918 : Masse volumique sur échantillon brut	g/cm³		1.71
LS901 : Matières organiques à 500°C (= MVS Mat. Volatiles)	% MS		6.9
LS995 : Perte au feu à 550°C	% MS		10.3
LS4WH : Pourcentage cumulé 0.02 à 2 µm	%	*	6.44
LS4P2 : Pourcentage cumulé 0.02 à 20 µm	%	*	53.09
LSQK3 : Pourcentage cumulé 0.02 à 63 µm	%	*	88.61
LS3PB : Pourcentage cumulé 0.02 à 200 µm	%	*	97.40
LS9AT : Pourcentage cumulé 0.02 à 2000 µm	%	*	100.00
LS9AS : Fraction 2 - 20 µm	%	*	46.66
LSSKU : Fraction 20 - 63 µm	%	*	35.51
LS9AV : Fraction 63 - 200 µm	%	*	8.79
LS3PC : Fraction 200 - 2000 µm	%	*	2.60

Analyses immédiates

LSL4H : pH H2O

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon	007
Référence client :	Naye 10
Matrice :	SED
Date de prélèvement :	
Date de début d'analyse :	03/03/2020
Température de l'air de l'enceinte :	3.9°C

Analyses immédiates

LSL4H : pH H2O		9.0
pH extrait à l'eau		
Température de mesure du pH	°C	21

Indices de pollution

LS916 : Azote Kjeldahl (NTK)	g/kg M.S.	*	1.5
LS914 : Rapport COT/NTK			10.7
LS897 : Chrome (VI) soluble	mg/kg M.S.		<0.5
LS1Z8 : Ammonium extrait au KCL (NH4)	mg NH4/kg M.S.		116
LSSKM : Carbone organique total (COT) par combustion sèche (Sédiments)	mg/kg M.S.	*	16200

Métaux

XXS01 : Minéralisation eau régale - Bloc chauffant		*	-
LS862 : Aluminium (Al)	mg/kg M.S.	*	12200
LS865 : Arsenic (As)	mg/kg M.S.	*	11.1
LS869 : Bore (B)	mg/kg M.S.	*	41.3
LS870 : Cadmium (Cd)	mg/kg M.S.	*	<0.40
LS871 : Calcium (Ca)	mg/kg M.S.		132000
LS872 : Chrome (Cr)	mg/kg M.S.	*	28.7
LS873 : Cobalt (Co)	mg/kg M.S.		8.16
LS874 : Cuivre (Cu)	mg/kg M.S.	*	47.8

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

007**Naye 10****SED**

03/03/2020

3.9°C

Métaux

LS876 : Fer (Fe)	mg/kg M.S.	*	20000
LS878 : Magnésium (Mg)	mg/kg M.S.		10500
LS879 : Manganèse (Mn)	mg/kg M.S.	*	174
LS880 : Molybdène (Mo)	mg/kg M.S.	*	2.82
LS881 : Nickel (Ni)	mg/kg M.S.	*	17.1
LS882 : Phosphore (P)	mg/kg M.S.	*	920
LS883 : Plomb (Pb)	mg/kg M.S.	*	35.3
LS884 : Potassium (K)	mg/kg M.S.		6380
LS894 : Zinc (Zn)	mg/kg M.S.	*	113
LSA09 : Mercuré (Hg)	mg/kg M.S.	*	0.76
LS931 : Cadmium (Cd)	mg/kg M.S.	*	0.39
LS934 : Chrome (Cr)	mg/kg M.S.	*	32.4
LSA6C : Oxyde de calcium (CaO)	mg/kg M.S.		185000
LSA69 : Oxyde de magnésium (MgO)	mg/kg M.S.		17400
LSA6A : Oxyde de potassium (K2O)	mg/kg M.S.		7690
LSA6B : Phosphore total (P2O5)	mg/kg M.S.		2110
LSA4H : Somme Cr, Cu, Ni, Zn	mg/kg M.S.		207

Hydrocarbures totaux

LS919 : Hydrocarbures totaux (4 tranches) (C10-C40)			
Indice Hydrocarbures (C10-C40)	mg/kg M.S.	*	387

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon	007
Référence client :	Naye 10
Matrice :	SED
Date de prélèvement :	
Date de début d'analyse :	03/03/2020
Température de l'air de l'enceinte :	3.9°C

Hydrocarbures totaux

LS919 : **Hydrocarbures totaux (4 tranches)
(C10-C40)**

HCT (nC10 - nC16) (Calcul)	mg/kg M.S.	32.8
HCT (>nC16 - nC22) (Calcul)	mg/kg M.S.	110
HCT (>nC22 - nC30) (Calcul)	mg/kg M.S.	141
HCT (>nC30 - nC40) (Calcul)	mg/kg M.S.	102

Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)

LSA33 : **Hydrocarbures Aromatiques
Polycycliques (16 HAPs)**

Naphtalène	mg/kg M.S.	*	0.046
Acénaphthylène	mg/kg M.S.	*	0.011
Acénaphthène	mg/kg M.S.	*	0.032
Fluorène	mg/kg M.S.	*	0.031
Phénanthrène	mg/kg M.S.	*	0.23
Anthracène	mg/kg M.S.	*	1.1
Fluoranthène	mg/kg M.S.	*	0.27
Pyrène	mg/kg M.S.	*	0.29
Benzo(a)-anthracène	mg/kg M.S.	*	0.24
Chrysène	mg/kg M.S.	*	0.21
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg M.S.	*	0.4
Benzo(k)fluoranthène	mg/kg M.S.	*	0.2
Benzo(a)pyrène	mg/kg M.S.	*	0.32
Dibenzo(a,h)anthracène	mg/kg M.S.	*	0.085
Benzo(ghi)Pérylène	mg/kg M.S.	*	0.23

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

007

Référence client :

Naye 10

Matrice :

SED

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

03/03/2020

Température de l'air de l'enceinte :

3.9°C

Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)

LSA33 : Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (16 HAPs)

Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	mg/kg M.S.	*	0.18
Somme des HAP	mg/kg M.S.		3.9

LSA39 : Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (3)

Fluoranthène	mg/kg M.S.	*	0.27
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg M.S.	*	0.4
Benzo(a)pyrène	mg/kg M.S.	*	0.32

Polychlorobiphényles (PCBs)

LSA42 : PCB congénères réglementaires (7)

PCB 28	mg/kg M.S.	*	0.0011
PCB 52	mg/kg M.S.	*	0.0021
PCB 101	mg/kg M.S.	*	0.0031
PCB 118	mg/kg M.S.	*	0.0021
PCB 138	mg/kg M.S.	*	0.0037
PCB 153	mg/kg M.S.	*	0.005
PCB 180	mg/kg M.S.	*	0.0021
SOMME PCB (7)	mg/kg M.S.		0.019

LS3U7 : **PCB 28** mg/kg M.S. * 0.0011

LS3UB : **PCB 52** mg/kg M.S. * 0.0021

LS3U8 : **PCB 101** mg/kg M.S. * 0.0031

LS3U6 : **PCB 118** mg/kg M.S. * 0.0021

LS3U9 : **PCB 138** mg/kg M.S. * 0.0037

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon	007
Référence client :	Naye 10
Matrice :	SED
Date de prélèvement :	
Date de début d'analyse :	03/03/2020
Température de l'air de l'enceinte :	3.9°C

Polychlorobiphényles (PCBs)

LS3UA : PCB 153	mg/kg M.S.	*	0.005
LS3UC : PCB 180	mg/kg M.S.	*	0.0021
LSFEH : Somme PCB (7)	mg/kg M.S.		0.019

Composés Volatils

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

Organoétains

LS2GK : Dibutylétain cation-Sn (DBT)	µg Sn/kg M.S.	*	160
LS2GL : Tributylétain cation-Sn (TBT)	µg Sn/kg M.S.	*	1100
LS2IJ : Tétrabutylétain -Sn (TeBT)	µg Sn/kg M.S.		<10
LS2IK : Monobutylétain cation-Sn (MBT)	µg Sn/kg M.S.	*	85
LS2IL : Triphénylétain cation-Sn (TPhT)	µg Sn/kg M.S.	*	<2.0
LS2IM : MonoOctylétain cation-Sn (MOT)	µg Sn/kg M.S.	*	<2.0
LS2IN : DiOctylétain cation-Sn (DOT)	µg Sn/kg M.S.	*	<2.0

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creoccean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon	007
Référence client :	Naye 10
Matrice :	SED
Date de prélèvement :	
Date de début d'analyse :	03/03/2020
Température de l'air de l'enceinte :	3.9°C

Organoétains

LS2IP : Tricyclohexyletain cation-Sn (TcHexT)	µg Sn/kg M.S. *	<2.0
------------------------------------------------------	-----------------	------

Lixiviation

LSA36 : Lixiviation 1x24 heures		
Lixiviation 1x24 heures		Fait
Refus pondéral à 4 mm	% P.B.	0.2
XXS4D : Pesée échantillon lixiviation		
Volume	ml	950
Masse	g	95.4

Analyses immédiates sur éluat

LSQ13 : Mesure du pH sur éluat		
pH (Potentiel d'Hydrogène)		8.4
Température de mesure du pH	°C	22
LSQ02 : Conductivité à 25°C sur éluat		
Conductivité corrigée automatiquement à 25°C	µS/cm	6690
Température de mesure de la conductivité	°C	21.3
LSM46 : Résidu sec à 105°C (Fraction soluble) sur éluat		
Résidus secs à 105 °C	mg/kg M.S.	37900
Résidus secs à 105°C (calcul)	% MS	3.8

Indices de pollution sur éluat

LSM68 : Carbone Organique par oxydation (COT) sur éluat	mg/kg M.S.	210
LS04Y : Chlorures sur éluat	mg/kg M.S.	20400

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

007

Référence client :

Naye 10

Matrice :

SED

Date de prélèvement :

03/03/2020

Date de début d'analyse :

3.9°C

Température de l'air de l'enceinte :

Indices de pollution sur éluat

LSN71 : Fluorures sur éluat	mg/kg M.S.	8.93
LS04Z : Sulfate (SO4) sur éluat	mg/kg M.S.	2400
LSM90 : Indice phénol sur éluat	mg/kg M.S.	<0.50

Métaux sur éluat

LSM04 : Arsenic (As) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20
LSM05 : Baryum (Ba) sur éluat	mg/kg M.S.	0.45
LSM11 : Chrome (Cr) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10
LSM13 : Cuivre (Cu) sur éluat	mg/kg M.S.	0.33
LSM19 : Molybdène (Mo) sur éluat	mg/kg M.S.	0.69
LSM20 : Nickel (Ni) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10
LSM22 : Plomb (Pb) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10
LSM35 : Zinc (Zn) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20
LS04W : Mercure (Hg) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.001
LSM97 : Antimoine (Sb) sur éluat	mg/kg M.S.	0.023
LSN05 : Cadmium (Cd) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.002
LSN41 : Sélénium (Se) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.01

Sous-traitance | Eurofins Analyses Matériaux et Combustibles FR SAS

EM00M : **Analyse granulométrique par tamisage à sec**

Passant à 9 mm	%	99
Méthode		Lavage & tamisage voie sèche

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creoccean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

007

Référence client :

Naye 10

Matrice :

SED

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

03/03/2020

Température de l'air de l'enceinte :

3.9°C

Sous-traitance | Eurofins Analyses Matériaux et Combustibles FR SAS
**EM00M : Analyse granulométrique par tamisage
à sec**

Passant à 125 mm	%	100
Passant à 100 mm	%	100
Passant à 80 mm	%	100
Passant à 63 mm	%	100
Passant à 50 mm	%	100
Passant à 40 mm	%	100
Passant à 31,5 mm	%	100
Passant à 25 mm	%	100
Passant à 20 mm	%	100
Passant à 14 mm	%	100
Passant à 10 mm	%	99
Passant à 5 mm	%	98
Passant à 2 mm	%	91
Passant à 1 mm	%	83
Passant à 400 µm	%	68
Passant à 80 µm	%	46

Sous-traitance | Eurofins Expertises Environnementales
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli

Bactéries coliformes	NPP/10 g	<100
Escherichia coli	NPP/10 g	<100

**IY005 : Test sur embryon de
bivalve - Huitres**

g/kg M.S. cf rapport

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

007**Naye 10****SED**

03/03/2020

3.9°C

Sous-traitance | Eurofins Expertises Environnementales
Y00A : **Entérocoques**

NPP/g

<56

microplaque

D : détecté / ND : non détecté

z2 ou (2) : zone de contrôle des supports

Observations	N° Ech	Réf client
Bactéries coliformes et E.coli : Augmentation de la LQ en raison de la coloration de l'échantillon	(003)	Naye 6
Date de prélèvement non communiquée	(003) (004) (005) (006) (007)	Naye 6 / Naye 7 / Naye 8 / Naye 9 / Naye 10 /
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'Arrêté du 27 octobre 2011, la valeur retenue pour le calcul de la somme Somme des BTEX pour le(s) paramètre(s) Toluène, o-Xylène, m+p-Xylène est LQ labo/2	(003) (004) (005) (006) (007)	Naye 6 / Naye 7 / Naye 8 / Naye 9 / Naye 10 /
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'Arrêté du 27 octobre 2011, la valeur retenue pour le calcul de la somme SOMME PCB (7) pour le(s) paramètre(s) PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153, PCB 180, PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153, PCB 180 est LQ labo/2	(003) (004) (005)	Naye 6 / Naye 7 / Naye 8 /
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'Arrêté du 27 octobre 2011, la valeur retenue pour le calcul de la somme SOMME PCB (7) pour le(s) paramètre(s) PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 180, PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 180 est LQ labo/2	(006)	Naye 9

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E036595

Version du : 24/03/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Date de réception technique : 28/02/2020

Première date de réception physique : 28/02/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048


Anne-Charlotte Soulé De Lafont

Coordinateur Projets Clients

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 28 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *.

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

L'information relative au seuil de détection d'un paramètre n'est pas couverte par l'accréditation Cofrac.

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

Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande.

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

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

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

Laboratoire agréé par le ministre chargé des installations classées conformément à l'arrêté du 11 Mars 2010. Mention des types d'analyses pour lesquels l'agrément a été délivré sur : www.eurofins.fr ou disponible sur demande.

Le résultat d'une somme de paramètres est soumis à une méthodologie spécifique développée par notre laboratoire. Celle-ci peut dépendre de la LQ réglementaire du ou des paramètres sommés. Pour les matrices Eaux résiduaires, Eaux douces et Sédiments, elle est définie au sein de l'avis en vigueur de l'Arrêté du 27 octobre 2011, portant les modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau. Pour la matrice d'Eau de Consommation, elle est définie selon l'Arrêté du 11 janvier 2019 modifiant l'arrêté du 5 juillet 2016 relatif aux conditions d'agrément des laboratoires pour la réalisation des prélèvements et des analyses du contrôle sanitaire des eaux et l'arrêté du 19 octobre 2017 relatif aux méthodes d'analyse utilisées dans le cadre du contrôle sanitaire des eaux. Pour plus d'informations, n'hésitez pas à contacter votre chargé d'affaires ou votre coordinateur de projet client.

Annexe technique

Dossier N° : 20E036595

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-563704

Nom projet :

Référence commande : 20/048

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
EM00M	Analyse granulométrique par tamisage à sec	Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			Prestation soustraite à Eurofins Analyses Des Matériaux Et Combustibles Fr
	Passant à 9 mm			%	
	Méthode				
	Passant à 125 mm			%	
	Passant à 100 mm			%	
	Passant à 80 mm			%	
	Passant à 63 mm			%	
	Passant à 50 mm			%	
	Passant à 40 mm			%	
	Passant à 31,5 mm			%	
	Passant à 25 mm			%	
	Passant à 20 mm			%	
	Passant à 14 mm			%	
	Passant à 10 mm			%	
	Passant à 5 mm			%	
	Passant à 2 mm			%	
	Passant à 1 mm			%	
	Passant à 400 µm			%	
	Passant à 80 µm		0.1	%	
IY005	Test sur embryon de bivalve - Huitres	Technique - NF ISO 17244		g/kg M.S.	Prestation soustraite à Eurofins Expertises Environnementales SAS
IY00A	Entérocoques microplaque	Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1	56	NPP/g	
IY240	Bactéries coliformes et E. coli	Culture sur film [Coilert - Méthode NPP] - Méthode interne			
	Bactéries coliformes		10	NPP/10 g	Eurofins Analyse pour l'Environnement France
	Escherichia coli		10	NPP/10 g	
LKX80	Mise en solution KCl	Technique -			Eurofins Analyse pour l'Environnement France
LS04W	Mercure (Hg) sur éluat	ICP/MS - NF EN ISO 17294-2 / NF EN 16192	0.001	mg/kg M.S.	
LS04Y	Chlorures sur éluat	Spectrophotométrie (UV/VIS) [Spectrométrie visible automatisée] - NF EN 16192 - NF ISO 15923-1	10	mg/kg M.S.	
LS04Z	Sulfate (SO4) sur éluat		50	mg/kg M.S.	
LS0IK	Somme des BTEX	Calcul - Calcul		mg/kg M.S.	
LS0XU	Benzène	HS - GC/MS [Extraction méthanolique] - NF EN ISO 22155 (sol) Méthode interne (boue,séd)	0.1	mg/kg M.S.	
LS0XW	Ethylbenzène		0.2	mg/kg M.S.	
LS0Y4	Toluène		0.2	mg/kg M.S.	
LS0Y5	m+p-Xylène		0.2	mg/kg M.S.	
LS0Y6	o-Xylène		0.2	mg/kg M.S.	

Annexe technique

Dossier N° : 20E036595

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-563704

Nom projet :

Référence commande : 20/048

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LS1Z8	Ammonium extrait au KCL (NH4)	Titrimétrie [Distillation] - Méthode interne selon NFT 90-015-1	20	mg NH4/kg M.S.	
LS2GK	Dibutylétain cation-Sn (DBT)	GC/MS/MS [Dérivation, extraction Solide/Liquide] - XP T 90-250	2	µg Sn/kg M.S.	
LS2GL	Tributylétain cation-Sn (TBT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IJ	Tétrabutylétain -Sn (TeBT)		10	µg Sn/kg M.S.	
LS2IK	Monobutylétain cation-Sn (MBT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IL	Triphénylétain cation-Sn (TPHT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IM	MonoOctylétain cation-Sn (MOT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IN	DiOctylétain cation-Sn (DOT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IP	Tricyclohexylétain cation-Sn (TcHexT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS3PB	Pourcentage cumulé 0.02 à 200 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%	
LS3PC	Fraction 200 - 2000 µm		0	%	
LS3U6	PCB 118	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN 16167 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)	0.001	mg/kg M.S.	
LS3U7	PCB 28		0.001	mg/kg M.S.	
LS3U8	PCB 101		0.001	mg/kg M.S.	
LS3U9	PCB 138		0.001	mg/kg M.S.	
LS3UA	PCB 153		0.001	mg/kg M.S.	
LS3UB	PCB 52		0.001	mg/kg M.S.	
LS3UC	PCB 180		0.001	mg/kg M.S.	
LS4P2	Pourcentage cumulé 0.02 à 20 µm		Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%
LS4WH	Pourcentage cumulé 0.02 à 2 µm	0		%	
LS862	Aluminium (Al)	ICP/AES [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN ISO 11885 - NF EN 13346 Méthode B - Décembre 2000 (Norme abrog)	5	mg/kg M.S.	
LS865	Arsenic (As)		1	mg/kg M.S.	
LS869	Bore (B)		5	mg/kg M.S.	
LS870	Cadmium (Cd)		0.4	mg/kg M.S.	
LS871	Calcium (Ca)		50	mg/kg M.S.	
LS872	Chrome (Cr)		5	mg/kg M.S.	
LS873	Cobalt (Co)		1	mg/kg M.S.	
LS874	Cuivre (Cu)		5	mg/kg M.S.	
LS876	Fer (Fe)		5	mg/kg M.S.	
LS878	Magnésium (Mg)		5	mg/kg M.S.	
LS879	Manganèse (Mn)		1	mg/kg M.S.	
LS880	Molybdène (Mo)		1	mg/kg M.S.	
LS881	Nickel (Ni)		1	mg/kg M.S.	
LS882	Phosphore (P)		1	mg/kg M.S.	
LS883	Plomb (Pb)		5	mg/kg M.S.	
LS884	Potassium (K)		20	mg/kg M.S.	
LS894	Zinc (Zn)		5	mg/kg M.S.	

Annexe technique

Dossier N° : 20E036595

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-563704

Nom projet :

Référence commande : 20/048

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LS897	Chrome (VI) soluble	Spectrophotométrie (UV/VIS) - Méthode interne selon NF T 90-043	0.5	mg/kg M.S.	
LS901	Matières organiques à 500°C (= MVS Mat. Volatiles)	Combustion - adaptée de XP P 94-047	0.1	% MS	
LS914	Rapport COT/NTK	Calcul - Calcul			
LS916	Azote Kjeldahl (NTK)	Volumétrie [Minéralisation] - NF EN 13342 - Méthode interne (Sols)	0.5	g/kg M.S.	
LS918	Masse volumique sur échantillon brut	Gravimétrie - Méthode interne		g/cm³	
LS919	Hydrocarbures totaux (4 tranches) (C10-C40) Indice Hydrocarbures (C10-C40) HCT (nC10 - nC16) (Calcul) HCT (>nC16 - nC22) (Calcul) HCT (>nC22 - nC30) (Calcul) HCT (>nC30 - nC40) (Calcul)	GC/FID [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN ISO 16703 (Sols) - NF EN 14039 (Boue, Sédiments)	15	mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LS931	Cadmium (Cd)	ICP/MS [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN ISO 17294-2 - NF EN 13346 Méthode B - Décembre 2000 (Norme abrog)	0.1	mg/kg M.S.	
LS934	Chrome (Cr)		0.1	mg/kg M.S.	
LS995	Perte au feu à 550°C	Gravimétrie - NF EN 12879 (annulée)	0.1	% MS	
LS9AS	Fraction 2 - 20 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%	
LS9AT	Pourcentage cumulé 0.02 à 2000 µm		0	%	
LS9AV	Fraction 63 - 200 µm		0	%	
LSA07	Matière sèche	Gravimétrie - NF EN 12880	0.1	% P.B.	
LSA09	Mercure (Hg)	SFA / vapeurs froides (CV-AAS) [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN 13346 Méthode B - Décembre 2000 (Norme abrog - NF ISO 16772 (Sol) - Méthode interne (Hors Sols)	0.1	mg/kg M.S.	
LSA33	Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (16 HAPs) Naphthalène Acénaphthylène Acénaphène Fluorène Phénanthrène Anthracène Fluoranthène Pyrène Benzo-(a)-anthracène Chrysène Benzo(b)fluoranthène Benzo(k)fluoranthène Benzo(a)pyrène	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF ISO 18287 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)	0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002	mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S.	

Annexe technique

Dossier N° : 20E036595

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-563704

Nom projet :

Référence commande : 20/048

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
	Dibenzo(a,h)anthracène		0.002	mg/kg M.S.	
	Benzo(ghi)Pérylène		0.002	mg/kg M.S.	
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène		0.002	mg/kg M.S.	
	Somme des HAP			mg/kg M.S.	
LSA36	Lixiviation 1x24 heures Lixiviation 1x24 heures Refus pondéral à 4 mm	Lixiviation [Ratio L/S = 10 l/kg - Broyage par concasseur à mâchoires] - NF EN 12457-2	0.1	% P.B.	
LSA39	Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (3) Fluoranthène Benzo(b)fluoranthène Benzo(a)pyrène	GC/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF ISO 18287 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)	0.002 0.002 0.002	mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LSA42	PCB congénères réglementaires (7) PCB 28 PCB 52 PCB 101 PCB 118 PCB 138 PCB 153 PCB 180 SOMME PCB (7)	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN 16167 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)	0.001 0.001 0.001 0.001 0.001 0.001 0.001	mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LSA4H	Somme Cr, Cu, Ni, Zn	Calcul - Calcul		mg/kg M.S.	
LSA69	Oxyde de magnésium (MgO)			mg/kg M.S.	
LSA6A	Oxyde de potassium (K2O)			mg/kg M.S.	
LSA6B	Phosphore total (P2O5)			mg/kg M.S.	
LSA6C	Oxyde de calcium (CaO)			mg/kg M.S.	
LSFEH	Somme PCB (7)			mg/kg M.S.	
LSL4H	pH H2O pH extrait à l'eau Température de mesure du pH	Potentiométrie - Ad. NF ISO 10390 (SED) NF EN 12176 (abrogée, BOU)		°C	
LSM04	Arsenic (As) sur éluat	ICP/AES - NF EN ISO 11885 / NF EN 16192	0.2	mg/kg M.S.	
LSM05	Baryum (Ba) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM11	Chrome (Cr) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM13	Cuivre (Cu) sur éluat		0.2	mg/kg M.S.	
LSM19	Molybdène (Mo) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM20	Nickel (Ni) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM22	Plomb (Pb) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM35	Zinc (Zn) sur éluat		0.2	mg/kg M.S.	
LSM46	Résidu sec à 105°C (Fraction soluble) sur éluat	Gravimétrie - NF T 90-029 / NF EN 16192			

Annexe technique

Dossier N° : 20E036595

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-563704

Nom projet :

Référence commande : 20/048

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
	Résidus secs à 105 °C Résidus secs à 105°C (calcul)		2000 0.2	mg/kg M.S. % MS	
LSM68	Carbone Organique par oxydation (COT) sur éluat	Spectrophotométrie (IR) [Oxydation à chaud en milieu acide] - NF EN 16192 - NF EN 1484 (Sols) - Méthode interne (Hors Sols)	50	mg/kg M.S.	
LSM90	Indice phénoI sur éluat	Flux continu - NF EN ISO 14402 (adaptée sur sédiment,boue) - NF EN 16192	0.5	mg/kg M.S.	
LSM97	Antimoine (Sb) sur éluat	ICP/MS - NF EN ISO 17294-2 / NF EN 16192	0.002	mg/kg M.S.	
LSN05	Cadmium (Cd) sur éluat		0.002	mg/kg M.S.	
LSN41	Sélénium (Se) sur éluat		0.01	mg/kg M.S.	
LSN71	Fluorures sur éluat	Electrométrie [Potentiometrie] - NF T 90-004 (adaptée sur sédiment,boue) - NF EN 16192	5	mg/kg M.S.	
LSQ02	Conductivité à 25°C sur éluat Conductivité corrigée automatiquement à 25°C Température de mesure de la conductivité	Potentiométrie [Méthode à la sonde] - NF EN 27888 / NF EN 16192		µS/cm °C	
LSQ13	Mesure du pH sur éluat pH (Potentiel d'Hydrogène) Température de mesure du pH	Potentiométrie - NF EN ISO 10523 / NF EN 16192		°C	
LSQK3	Pourcentage cumulé 0.02 à 63 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%	
LSSKM	Carbone organique total (COT) par combustion sèche (Sédiments)	Combustion [sèche] - NF EN 15936 - Méthode B	1000	mg/kg M.S.	
LSSKU	Fraction 20 - 63 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%	
XXS01	Minéralisation eau régale - Bloc chauffant	Digestion acide -			
XXS06	Séchage à 40°C	Séchage [Le laboratoire travaillera sur la fraction <à 2mm de l'échantillon sauf demande explicite du client] -			
XXS07	Refus Pondéral à 2 mm	Tamissage [Le laboratoire travaillera sur la fraction <à 2mm de l'échantillon sauf demande explicite du client] -	1	% P.B.	
XXS4D	Pesée échantillon lixiviation Volume Masse	Gravimétrie -		ml g	

Annexe de traçabilité des échantillons

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

Dossier N° : 20E036595

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-056436-01

Emetteur :

Commande EOL : 006-10514-563704

Nom projet : N° Projet : 190450

Référence commande : 20/048

creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Sédiments

N° Ech	Référence Client	Date & Heure Prélèvement	Date de Réception Physique (1)	Date de Réception Technique (2)	Code-Barre	Nom Flacon
003	Naye 6		28/02/2020	28/02/2020		
004	Naye 7		28/02/2020	28/02/2020		
005	Naye 8		28/02/2020	28/02/2020		
006	Naye 9		28/02/2020	28/02/2020		
007	Naye 10		28/02/2020	28/02/2020		

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

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

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

Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable
prestation réalisée sur le site de SAVERNE

Référence de l'échantillon (Matrice) :
20e036595-003 (SED) - Average

Date de l'analyse :
samedi 7 mars 2020 12:03:12

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488
Méthode interne T-PS-WO22915

Opérateur :
PKB8

Résultat de la source :
Moyenne de 2 mesures

Données statistique

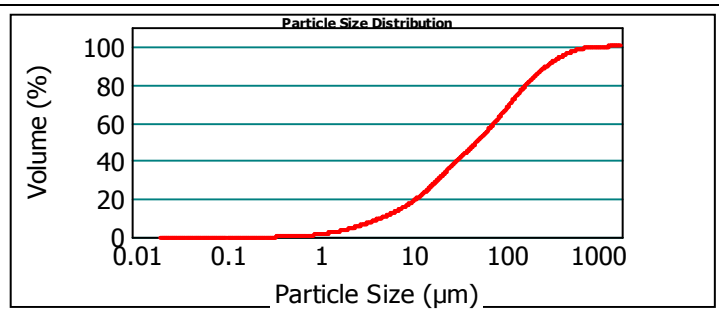
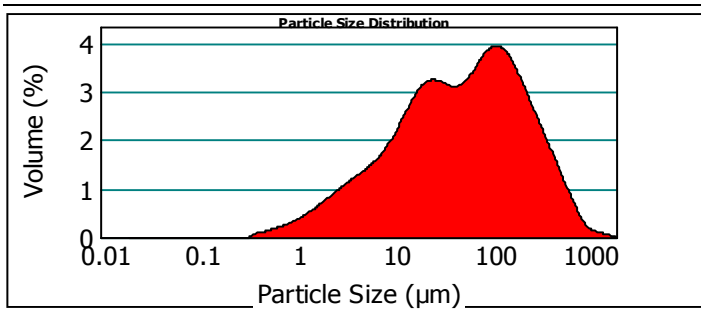
Surface spécifique : Moyenne : Médiane : Variance : Ecart type : Rapport moyenne/médiane : Mode :
0.503 m²/g 119.275 µm 54.226 µm 28844.699 µm² 169.837 µm 2.199 µm 116.914 µm

*** Pourcentages cumulés :**

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 3.59%
Percentage between 0.02 µm and 20.00 µm : 29.28%
Percentage between 0.02 µm and 63.00 µm : 53.19%
Percentage between 0.02 µm and 200.00 µm : 81.36%
Percentage between 0.02 µm and 2000.00 µm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 3.59%
Percentage between 2.00 µm and 20.00 µm : 25.68%
Percentage between 20.00 µm and 50.00 µm : 19.05%
Percentage between 50.00 µm and 200.00 µm : 33.03%
Percentage between 20.00 µm and 63.00 µm : 23.92%
Percentage between 63.00 µm and 200.00 µm : 28.16%
Percentage between 200.00 µm and 2000.00 µm : 18.64%



■ 20e036595-003 (SED) - Average

samedi 7 mars 2020 12:03:12

Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %
0.020	1.20	8.000	2.76	30.000	5.97	150.000	6.78	500.000	1.55	1500.000	0.08
1.000	2.40	10.000	6.32	40.000	4.55	200.000	4.59	600.000	1.56	2000.000	
2.000	1.20	15.000	1.18	50.000	4.87	250.000	3.25	800.000	0.36		
2.500	3.26	16.000	4.36	63.000	10.99	300.000	4.22	900.000	0.19		
4.000	6.60	20.000	8.53	100.000	10.40	400.000	2.51	1000.000	0.34		
8.000		30.000		150.000		500.000		1500.000			

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	8.000	14.66	30.000	37.81	150.000	74.57	500.000	95.92	1500.000	99.92
1.000	1.20	10.000	17.42	40.000	43.77	200.000	81.36	600.000	97.47	2000.000	100.00
2.000	3.59	15.000	23.74	50.000	48.32	250.000	85.94	800.000	99.04		
2.500	4.79	16.000	24.91	63.000	53.19	300.000	89.19	900.000	99.39		
4.000	8.06	20.000	29.28	100.000	64.18	400.000	93.41	1000.000	99.58		

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000	Durée d'analyse : 2 X 30 secondes
Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU 0.020 µm à 2000 µm	Indice de réfraction : 1.33
Logiciel : Malvern Application 5.60	Liquide : Water 800 mL
Modèle optique : Fraunhofer	Obscurisation : 8.56 %
Vitesse de la pompe : 3000 rpm	<i>- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure</i>

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-004850-01

Version du : 09/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002140

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
001	Sédiments	20E036595-003 / Naye 6 -	(84) (voir note ci-dessous) Bactéries coliformes et E.coli : Augmentation de la LQ en raison de la coloration de l'échantillon

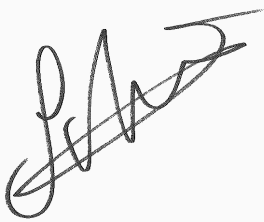
(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002140-001** | Version AR-20-IY-004850-01(09/03/2020) | Votre réf. 20E036595-003 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	05/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>	<56	NPP/g



Maude Schneider
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-006146-01

Version du : 20/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002160

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
001	Sédiments	20E036595-003 / Naye 6 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002160-001** | Version AR-20-IY-006146-01(20/03/2020) | Votre réf. 20E036595-003 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	20/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Ecotoxicologie marine

	Résultat	Unité
IY005 : Test sur embryon de bivalve - Huitres Prestation réalisée par nos soins	cf rapport	g/kg M.S.
<i>Technique - NF ISO 17244</i>		



Eloise Renouf
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**

***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

20E036595-003

Rapport d'analyses n° 20G002160-001 version 1 du 20/03/2020

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 14 pages.

SOMMAIRE

I. OBJET DU RAPPORT	3
II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	3
III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	3
IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	3
IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	3
IV.2 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<i>CRASSOSTREA</i> <i>GIGAS</i> , NF ISO 17244 - 2015).....	4
IV.2.1 Préparation des solutions.....	4
IV.2.2 Obtention des gamètes	4
IV.2.3 Réalisation des fécondations.....	5
IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.....	5
IV.2.5 Obtention des résultats	5
V. RESULTATS	6
VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	7

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS

Adresse : 5, rue d'Otterswiller – F – 67700 Saverne

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 5 mars 2020 suivant commande n° EUFRSA2-00094515 du 28 février 2020 de Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé 20E036595-003 de siccité égale à 59 %.

Nom complet : 20E036595-003 PSV : Naye 6.

Date de prélèvement : NC.

Date de réception : 05/03/2020.

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 20G002160-001.

III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 09-10/03/2020.

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (9160) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : " concentration sans effet observé " ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : " concentration minimale avec effet observé " ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

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

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

IV.2 Test de toxicité sur le développement embryo-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

IV.2.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 10/03/2020.

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 gMS/L (grammes de Matière Sèche par litre) et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 gMS/L qui est remplacée par 5,0 gMS/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le Cu^{2+} , sous forme de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

IV.2.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1 mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

IV.2.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 µL pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

IV.2.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀: modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CME0 : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

V. RESULTATS

NB : La date de prélèvement n'étant pas communiquée, nous ne pouvons garantir le respect des délais de stabilité/normatifs de mise en analyse et les résultats d'analyse peuvent donner lieu à des réserves.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 11/03/2020.

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,9	8,6	8,1	8,0
Salinité ‰	Méthode interne	31,9	2,6	29,4	32,3
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100	>100

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 1/03/2020.

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	8,0	8,0	8,0
Salinité ‰	Méthode interne	32,4	30,2	33,0
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100

Valeurs des descripteurs toxicologiques :

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	20E036595-003 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE₅₀	>10 gMS/L
			CSEO	10 gMS/L
			CME0	>10 gMS/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «20E036595-003»
 Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% (si calculable).

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 2,9 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 81,7 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 $\mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} : $\text{CE50 Cu}^{2+} = 13,3 \mu\text{g/L}$ (intervalle de confiance compris entre 10,6 et 15,6 $\mu\text{g/L}$; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 20/03/2020.

Eloïse Renouf, Ingénieur projet Ecotoxicologie marine.



ANNEXE 1 :

Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ ,6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ , 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ , 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ ,5H ₂ O	0,015
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 gMS/L	74	26	26.0%	9.4%
	77	23	23.0%	5.7%
	77	23	23.0%	5.7%
<i>Moyenne</i>	<i>76.0</i>	<i>24.0</i>	<i>24.0%</i>	<i>6.9%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 gMS/L	78	22	22.0%	4.5%
	79	21	21.0%	3.3%
	81	19	19.0%	0.8%
<i>Moyenne</i>	<i>79.3</i>	<i>20.7</i>	<i>20.7%</i>	<i>2.9%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 gMS/L	80	20	20.0%	2.0%
	81	19	19.0%	0.8%
	81	19	19.0%	0.8%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 gMS/L	78	22	22.0%	4.5%
	82	18	18.0%	-0.4%
	82	18	18.0%	-0.4%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 gMS/L	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>80.3</i>	<i>19.7</i>	<i>19.7%</i>	<i>1.6%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

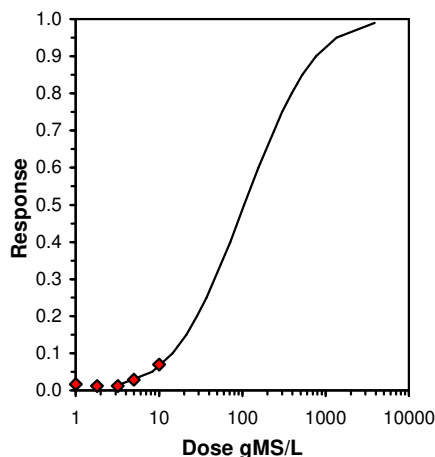
Start Date: 11/03/2020 Test ID: 2160-001 Sample ID: 20E036595-003
 End Date: 12/03/2020 Lab ID: Sample Type:
 Sample Date: Protocol: -NF ISO 17244-2015 Test Species: CG-Crassostrea gigas
 Comments:

Conc-gMS/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1	0.8100	0.8000	0.8000			
1.8	0.7800	0.8200	0.8200			
3.2	0.8000	0.8100	0.8100			
5	0.7800	0.7900	0.8100			
10	0.7400	0.7700	0.7700			

Conc-gMS/L	Mean	N-Mean	Transform: Arcsin Square Root					N	t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
			Mean	Min	Max	CV%							
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6				110	600	
1	0.8033	0.9837	1.1114	1.1071	1.1198	0.656	3	0.962	2.602	0.0485	59	300	
1.8	0.8067	0.9878	1.1160	1.0826	1.1326	2.590	3	0.715	2.602	0.0485	58	300	
3.2	0.8067	0.9878	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	0.736	2.602	0.0485	58	300	
5	0.7933	0.9714	1.0990	1.0826	1.1198	1.725	3	1.623	2.602	0.0485	62	300	
*10	0.7600	0.9306	1.0590	1.0357	1.0706	1.902	3	3.772	2.602	0.0485	72	300	

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.97315	0.873	0.05446	0.1208						
Bartlett's Test indicates equal variances ($p = 0.19$)	7.48947	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	5	10	7.07107		0.03892	0.04761	0.00211	0.00069	0.04324	5, 15

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	1.4857	1.55625	-1.5645	4.53595	0.18333	0.17991	7.81473	0.98	2.02302	0.67308	9
Intercept	1.9944	1.44673	-0.8412	4.83							
TSCR	0.18715	0.01342	0.16085	0.21345							
Point	Probits	gMS/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	2.86547									
EC05	3.355	8.23943									
EC10	3.718	14.4687									
EC15	3.964	21.1551									
EC20	4.158	28.6114									
EC25	4.326	37.0708									
EC40	4.747	71.2026									
EC50	5.000	105.443									
EC60	5.253	156.15									
EC75	5.674	299.921									
EC80	5.842	388.597									
EC85	6.036	525.562									
EC90	6.282	768.438									
EC95	6.645	1349.4									
EC99	7.326	3880.1									



Dose-Response Plot

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Témoins positifs (Cu2+)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
18µg/L	22	78	78.0%	73.1%
	25	75	75.0%	69.4%
	24	76	76.0%	70.6%
<i>Moyenne</i>	<i>23.7</i>	<i>76.3</i>	<i>76.3%</i>	<i>71.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10µg/L	55	45	45.0%	32.7%
	61	39	39.0%	25.3%
	59	41	41.0%	27.8%
<i>Moyenne</i>	<i>58.3</i>	<i>41.7</i>	<i>41.7%</i>	<i>28.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5.6µg/L	75	25	25.0%	8.2%
	71	29	29.0%	13.1%
	71	29	29.0%	13.1%
<i>Moyenne</i>	<i>72.3</i>	<i>27.7</i>	<i>27.7%</i>	<i>11.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2µg/L	82	18	18.0%	-0.4%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.0</i>	<i>19.0</i>	<i>19.0%</i>	<i>0.8%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8µg/L	81	19	19.0%	0.8%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

Start Date: 11/03/2020 Test ID: Cu2+ Sample ID:
 End Date: 12/03/2020 Lab ID: Sample Type:
 Sample Date: Protocol: -NF ISO 17244-2015 Test Species: CG-Crassostrea gigas
 Comments:

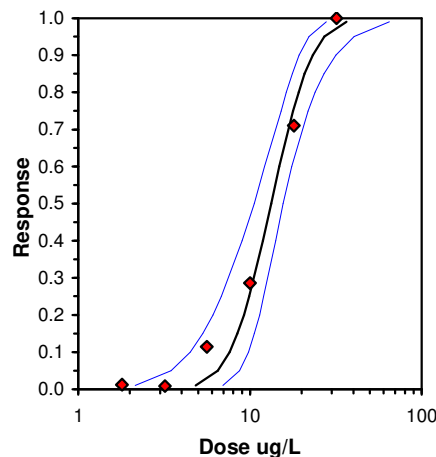
Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1.8	0.8100	0.8100	0.8000			
3.2	0.8200	0.8100	0.8000			
5.6	0.7500	0.7100	0.7100			
10	0.5500	0.6100	0.5900			
18	0.2200	0.2500	0.2400			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N					
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6				110	600
1.8	0.8067	0.9878	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	0.751	2.655	0.0485	58	300
3.2	0.8100	0.9918	1.1199	1.1071	1.1326	1.138	3	0.516	2.655	0.0485	57	300
*5.6	0.7233	0.8857	1.0171	1.0021	1.0472	2.559	3	6.134	2.655	0.0485	83	300
*10	0.5833	0.7143	0.8692	0.8355	0.8963	3.561	3	14.225	2.655	0.0485	125	300
*18	0.2367	0.2898	0.5079	0.4882	0.5236	3.552	3	33.988	2.655	0.0485	229	300
*32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	59.035	2.655	0.0485	300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.9676	0.884	0.18391	0.17945						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	3.2	5.6	4.2332		0.03894	0.04764	0.54112	0.00067	6.4E-20	6, 17

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	5.29398	0.75243	3.20491	7.38305	0.18333	15.0879	9.48773	4.5E-03	1.12323	0.18889	10
Intercept	-0.9464	0.90539	-3.4601	1.56742							
TSCR	0.20014	0.02111	0.14153	0.25876							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	4.82833	2.15227	6.95948							
EC05	3.355	6.49422	3.48371	8.67715							
EC10	3.718	7.60593	4.4931	9.78225							
EC15	3.964	8.46163	5.3265	10.6225							
EC20	4.158	9.20985	6.08998	11.3559							
EC25	4.326	9.90428	6.82317	12.0403							
EC40	4.747	11.8953	9.01405	14.0654							
EC50	5.000	13.281	10.5624	15.5838							
EC60	5.253	14.8281	12.243	17.4548							
EC75	5.674	17.8089	15.1605	21.7538							
EC80	5.842	19.1517	16.3248	23.9987							
EC85	6.036	20.8452	17.6876	27.073							
EC90	6.282	23.1903	19.4321	31.7227							
EC95	6.645	27.1602	22.1402	40.4831							
EC99	7.326	36.5311	27.8708	64.901							

Significant heterogeneity detected ($p = 4.52E-03$)



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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003049-01 Version du : 23/03/2020

Page 1/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
001	Solides Divers	20E036595-003	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Materiaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003049-01 Version du : 23/03/2020

Page 2/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513

N° Echantillon **20Q001376-001**

Référence : 20E036595-003

Date de prélèvement :

Début d'analyse : 23/03/2020

Description échantillon : Naye 6 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 20 mm	99	%	
Passant à 14 mm	99	%	
Passant à 10 mm	99	%	
Passant à 9 mm	99	%	
Passant à 5 mm	99	%	
Passant à 2 mm	98	%	
Passant à 1 mm	96	%	
Passant à 400 µm	89	%	
Passant à 80 µm	35	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches

P.B. : Produit Brut

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Materiaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003049-01 Version du : 23/03/2020

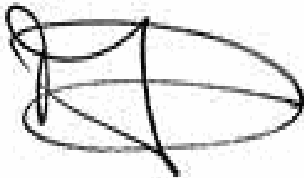
Page 3/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

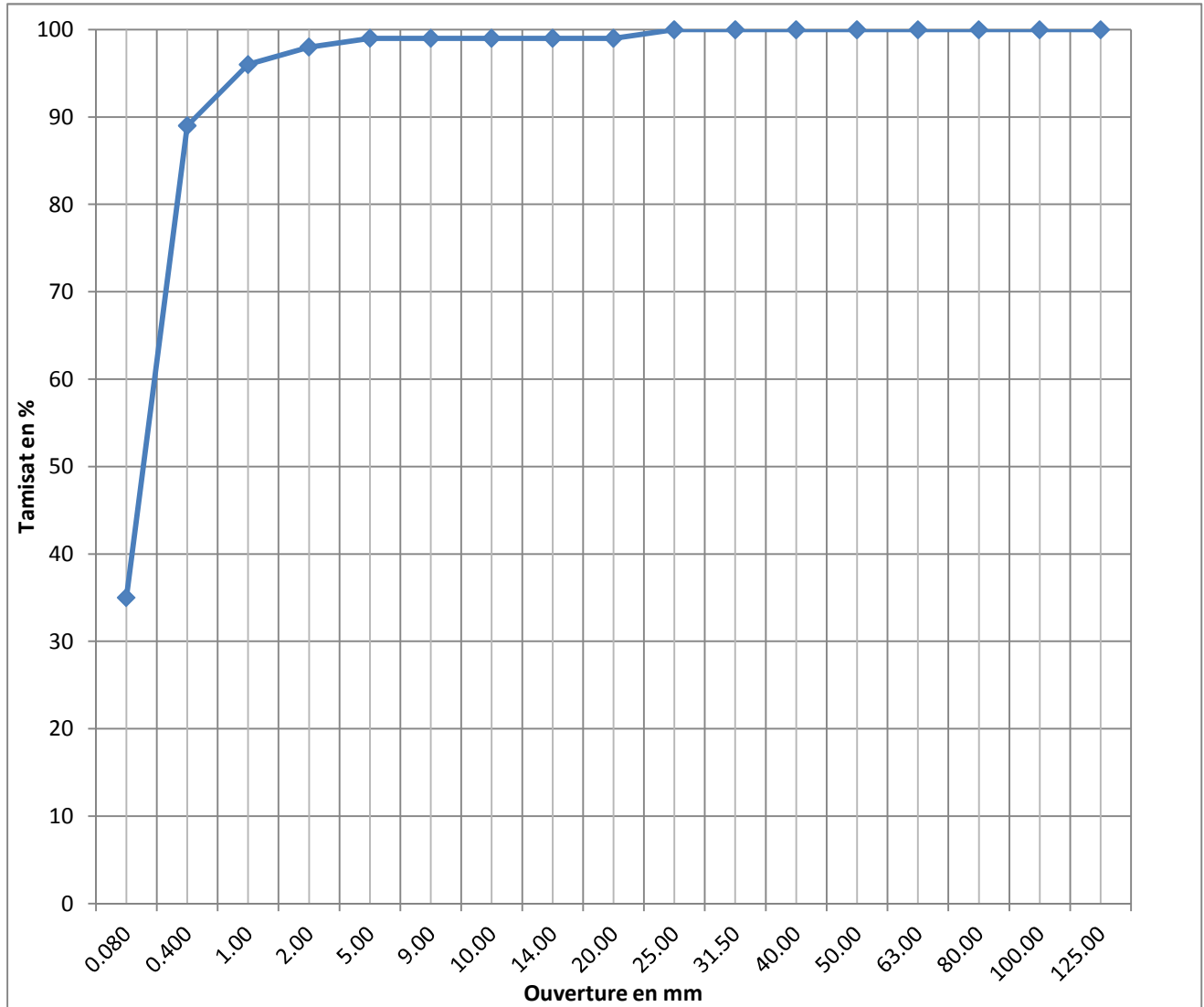
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513



Dorothee Mangold
Chef de Groupe

Page ANNEXE
20Q001376-001



Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e036595-004 (SED) - Average

Opérateur :

PKB8

Date de l'analyse :

samedi 7 mars 2020 12:07:41

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

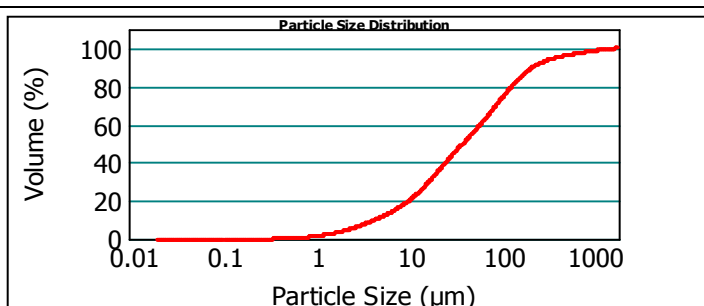
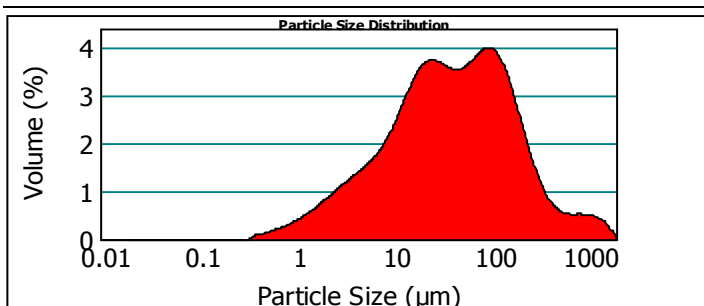
Surface spécifique : 0.548 m²/g **Moyenne :** 109.208 μm **Médiane :** 41.329 μm **Variance :** 44115.881 μm² **Ecart type :** 210.037 μm **Rapport moyenne/médiane :** 2.642 μm **Mode :** 98.587 μm

* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 3.89%
 Percentage between 0.02 μm and 20.00 μm : 32.60%
 Percentage between 0.02 μm and 63.00 μm : 59.83%
 Percentage between 0.02 μm and 200.00 μm : 87.43%
 Percentage between 0.02 μm and 2000.00 μm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 3.89%
 Percentage between 2.00 μm and 20.00 μm : 28.72%
 Percentage between 20.00 μm and 50.00 μm : 21.79%
 Percentage between 50.00 μm and 200.00 μm : 33.04%
Percentage between 20.00 μm and 63.00 μm : 27.22%
Percentage between 63.00 μm and 200.00 μm : 27.61%
 Percentage between 200.00 μm and 2000.00 μm : 12.57%



■ 20e036595-004 (SED) - Average

samedi 7 mars 2020 12:07:41

Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %
0.020	1.30	8.000	3.09	30.000	6.82	150.000	5.79	500.000	0.68	1500.000	0.43
1.000	2.59	10.000	7.22	40.000	5.16	200.000	3.34	600.000	0.98	2000.000	
2.000	1.29	15.000	1.35	50.000	5.43	250.000	2.00	800.000	0.40		
2.500	3.52	16.000	5.03	63.000	11.71	300.000	2.11	900.000	0.35		
4.000	7.20	20.000	9.82	100.000	10.12	400.000	1.06	1000.000	1.21		
8.000		30.000		150.000		500.000		1500.000			

Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00	8.000	15.91	30.000	42.42	150.000	81.65	500.000	95.94	1500.000	99.57
1.000	1.30	10.000	19.00	40.000	49.24	200.000	87.43	600.000	96.63	2000.000	100.00
2.000	3.89	15.000	26.22	50.000	54.40	250.000	90.77	800.000	97.60		
2.500	5.18	16.000	27.57	63.000	59.83	300.000	92.77	900.000	98.01		
4.000	8.71	20.000	32.60	100.000	71.53	400.000	94.88	1000.000	98.35		

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000	Durée d'analyse : 2 X 30 secondes
Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU 0.020 μm à 2000 μm	Indice de réfraction : 1.33
Logiciel : Malvern Application 5.60	Liquide : Water 800 mL
Modèle optique : Fraunhofer	Obscurisation : 7.11 %
Vitesse de la pompe : 3000 rpm	<i>- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure</i>

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-004851-01

Version du : 09/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002140

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
002	Sédiments	20E036595-004 / Naye 7 -	(84) (voir note ci-dessous)

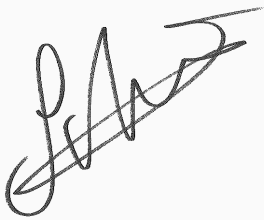
(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002140-002** | Version AR-20-IY-004851-01(09/03/2020) | Votre réf. 20E036595-004 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	05/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>	<56	NPP/g



Maude Schneider
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-006147-01

Version du : 20/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002160

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
002	Sédiments	20E036595-004 / Naye 7 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002160-002** | Version AR-20-IY-006147-01(20/03/2020) | Votre réf. 20E036595-004

Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	20/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Ecotoxicologie marine

	Résultat	Unité
IY005 : Test sur embryon de bivalve - Huitres Prestation réalisée par nos soins	cf rapport	g/kg M.S.
<i>Technique - NF ISO 17244</i>		



Eloise Renouf
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**

***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

20E036595-004

Rapport d'analyses n° 20G002160-002 version 1 du 20/03/2020

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 14 pages.

SOMMAIRE

I. OBJET DU RAPPORT	3
II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	3
III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	3
IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	3
IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	3
IV.2 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<i>CRASSOSTREA</i> <i>GIGAS</i> , NF ISO 17244 - 2015).....	4
IV.2.1 Préparation des solutions.....	4
IV.2.2 Obtention des gamètes	4
IV.2.3 Réalisation des fécondations.....	5
IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.....	5
IV.2.5 Obtention des résultats	5
V. RESULTATS	6
VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	7

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS

Adresse : 5, rue d'Otterswiller – F – 67700 Saverne

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 5 mars 2020 suivant commande n° EUFRSA2-00094515 du 28 février 2020 de Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé 20E036595-004 de siccité égale à 62 %.

Nom complet : 20E036595-004 PSV : Naye 7.

Date de prélèvement : NC.

Date de réception : 05/03/2020.

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 20G002160-002.

III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 09-10/03/2020.

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (9160) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : “ concentration sans effet observé ” ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CME0 : “ concentration minimale avec effet observé ” ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

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

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

IV.2 Test de toxicité sur le développement embryon-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

IV.2.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 10/03/2020.

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 gMS/L (grammes de Matière Sèche par litre) et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 gMS/L qui est remplacée par 5,0 gMS/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le Cu^{2+} , sous forme de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

IV.2.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1 mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

IV.2.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 μ L pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

IV.2.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀: modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CMEO : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

V. RESULTATS

NB : La date de prélèvement n'étant pas communiquée, nous ne pouvons garantir le respect des délais de stabilité/normatifs de mise en analyse et les résultats d'analyse peuvent donner lieu à des réserves.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 11/03/2020.

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,9	8,6	8,0	8,0
Salinité ‰	Méthode interne	31,9	2,2	29,4	32,1
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100	>100

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 12/03/2020.

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	8,0	8,1	8,0
Salinité ‰	Méthode interne	32,4	30,2	33,0
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100

Valeurs des descripteurs toxicologiques :

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	20E036595-004 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE₅₀	>10 gMS/L
			CSEO	10 gMS/L
			CME0	>10 gMS/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «20E036595-004»
 Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% (si calculable).

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 0,4 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 81,7 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 $\mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} : $\text{CE50 Cu}^{2+} = 13,3 \mu\text{g/L}$ (intervalle de confiance compris entre 10,6 et 15,6 $\mu\text{g/L}$; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 20/03/2020.

Eloïse Renouf, Ingénieur projet Ecotoxicologie marine.



ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ ,6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ , 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ , 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ ,5H ₂ O	0,015
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 gMS/L	82	18	18.0%	-0.4%
	82	18	18.0%	-0.4%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.3</i>	<i>18.7</i>	<i>18.7%</i>	<i>0.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 gMS/L	79	21	21.0%	3.3%
	83	17	17.0%	-1.6%
	82	18	18.0%	-0.4%
<i>Moyenne</i>	<i>81.3</i>	<i>18.7</i>	<i>18.7%</i>	<i>0.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 gMS/L	82	18	18.0%	-0.4%
	81	19	19.0%	0.8%
	81	19	19.0%	0.8%
<i>Moyenne</i>	<i>81.3</i>	<i>18.7</i>	<i>18.7%</i>	<i>0.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 gMS/L	82	18	18.0%	-0.4%
	82	18	18.0%	-0.4%
	83	17	17.0%	-1.6%
<i>Moyenne</i>	<i>82.3</i>	<i>17.7</i>	<i>17.7%</i>	<i>-0.8%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 gMS/L	81	19	19.0%	0.8%
	79	21	21.0%	3.3%
	82	18	18.0%	-0.4%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

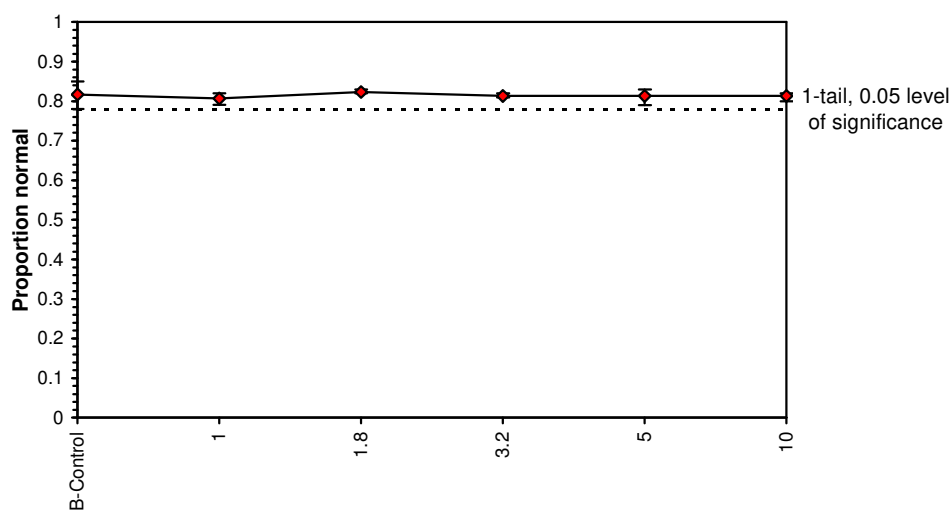
Start Date: 11/03/2020	Test ID: 2160-002	Sample ID: 20E036595-004
End Date: 12/03/2020	Lab ID:	Sample Type:
Sample Date:	Protocol: -NF ISO 17244-2015	Test Species: CG-Crassostrea gigas
Comments:		

Conc-gMS/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1	0.8100	0.7900	0.8200			
1.8	0.8200	0.8200	0.8300			
3.2	0.8200	0.8100	0.8100			
5	0.7900	0.8300	0.8200			
10	0.8200	0.8200	0.8000			

Conc-gMS/L	Mean	N-Mean	Transform: Arcsin Square Root					1-Tailed		
			Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6			
1	0.8067	0.9878	1.1157	1.0948	1.1326	1.727	3	0.750	2.602	0.0471
1.8	0.8233	1.0082	1.1370	1.1326	1.1458	0.668	3	-0.428	2.602	0.0471
3.2	0.8133	0.9959	1.1241	1.1198	1.1326	0.661	3	0.289	2.602	0.0471
5	0.8133	0.9959	1.1244	1.0948	1.1458	2.357	3	0.270	2.602	0.0471
10	0.8133	0.9959	1.1241	1.1071	1.1326	1.310	3	0.284	2.602	0.0471

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.95818	0.873	0.11164	0.40797						
Bartlett's Test indicates equal variances ($p = 0.17$)	7.8203	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	10	>10			0.03773	0.04615	0.00015	0.00065	0.9402	5, 15

Dose-Response Plot



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Témoins positifs (Cu2+)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
18µg/L	22	78	78.0%	73.1%
	25	75	75.0%	69.4%
	24	76	76.0%	70.6%
<i>Moyenne</i>	<i>23.7</i>	<i>76.3</i>	<i>76.3%</i>	<i>71.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10µg/L	55	45	45.0%	32.7%
	61	39	39.0%	25.3%
	59	41	41.0%	27.8%
<i>Moyenne</i>	<i>58.3</i>	<i>41.7</i>	<i>41.7%</i>	<i>28.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5.6µg/L	75	25	25.0%	8.2%
	71	29	29.0%	13.1%
	71	29	29.0%	13.1%
<i>Moyenne</i>	<i>72.3</i>	<i>27.7</i>	<i>27.7%</i>	<i>11.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2µg/L	82	18	18.0%	-0.4%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.0</i>	<i>19.0</i>	<i>19.0%</i>	<i>0.8%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8µg/L	81	19	19.0%	0.8%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

Start Date: 11/03/2020	Test ID: Cu2+	Sample ID:
End Date: 12/03/2020	Lab ID:	Sample Type:
Sample Date:	Protocol: -NF ISO 17244-2015	Test Species: CG-Crassostrea gigas
Comments:		

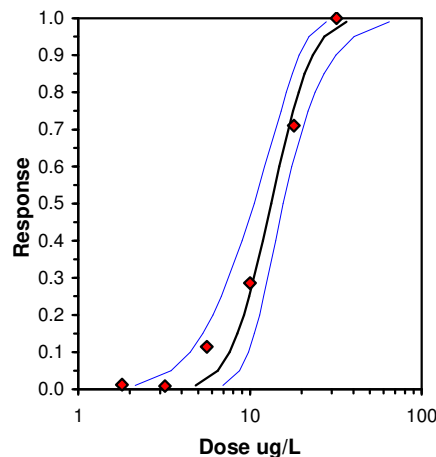
Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1.8	0.8100	0.8100	0.8000			
3.2	0.8200	0.8100	0.8000			
5.6	0.7500	0.7100	0.7100			
10	0.5500	0.6100	0.5900			
18	0.2200	0.2500	0.2400			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N					
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6				110	600
1.8	0.8067	0.9878	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	0.751	2.655	0.0485	58	300
3.2	0.8100	0.9918	1.1199	1.1071	1.1326	1.138	3	0.516	2.655	0.0485	57	300
*5.6	0.7233	0.8857	1.0171	1.0021	1.0472	2.559	3	6.134	2.655	0.0485	83	300
*10	0.5833	0.7143	0.8692	0.8355	0.8963	3.561	3	14.225	2.655	0.0485	125	300
*18	0.2367	0.2898	0.5079	0.4882	0.5236	3.552	3	33.988	2.655	0.0485	229	300
*32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	59.035	2.655	0.0485	300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.9676	0.884	0.18391	0.17945						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	3.2	5.6	4.2332		0.03894	0.04764	0.54112	0.00067	6.4E-20	6, 17

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	5.29398	0.75243	3.20491	7.38305	0.18333	15.0879	9.48773	4.5E-03	1.12323	0.18889	10
Intercept	-0.9464	0.90539	-3.4601	1.56742							
TSCR	0.20014	0.02111	0.14153	0.25876							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	4.82833	2.15227	6.95948							
EC05	3.355	6.49422	3.48371	8.67715							
EC10	3.718	7.60593	4.4931	9.78225							
EC15	3.964	8.46163	5.3265	10.6225							
EC20	4.158	9.20985	6.08998	11.3559							
EC25	4.326	9.90428	6.82317	12.0403							
EC40	4.747	11.8953	9.01405	14.0654							
EC50	5.000	13.281	10.5624	15.5838							
EC60	5.253	14.8281	12.243	17.4548							
EC75	5.674	17.8089	15.1605	21.7538							
EC80	5.842	19.1517	16.3248	23.9987							
EC85	6.036	20.8452	17.6876	27.073							
EC90	6.282	23.1903	19.4321	31.7227							
EC95	6.645	27.1602	22.1402	40.4831							
EC99	7.326	36.5311	27.8708	64.901							

Significant heterogeneity detected ($p = 4.52E-03$)



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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003050-01 Version du : 23/03/2020

Page 1/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
002	Solides Divers	20E036595-004	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Matériaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003050-01 Version du : 23/03/2020
 Dossier N° : 20Q001376 Date de réception : 10/03/2020
 Référence Dossier :
 Référence Commande : EUFRSA200094513

Page 2/3

N° Echantillon **20Q001376-002** Référence : 20E036595-004
 Date de prélèvement :
 Début d'analyse : 23/03/2020
 Description échantillon : Naye 7 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 20 mm	100	%	
Passant à 14 mm	100	%	
Passant à 10 mm	100	%	
Passant à 9 mm	100	%	
Passant à 5 mm	100	%	
Passant à 2 mm	97	%	
Passant à 1 mm	93	%	
Passant à 400 µm	84	%	
Passant à 80 µm	30	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches
 P.B. : Produit Brut

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003050-01 Version du : 23/03/2020

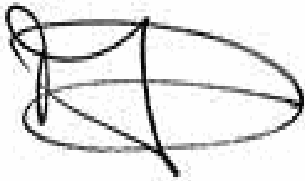
Page 3/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

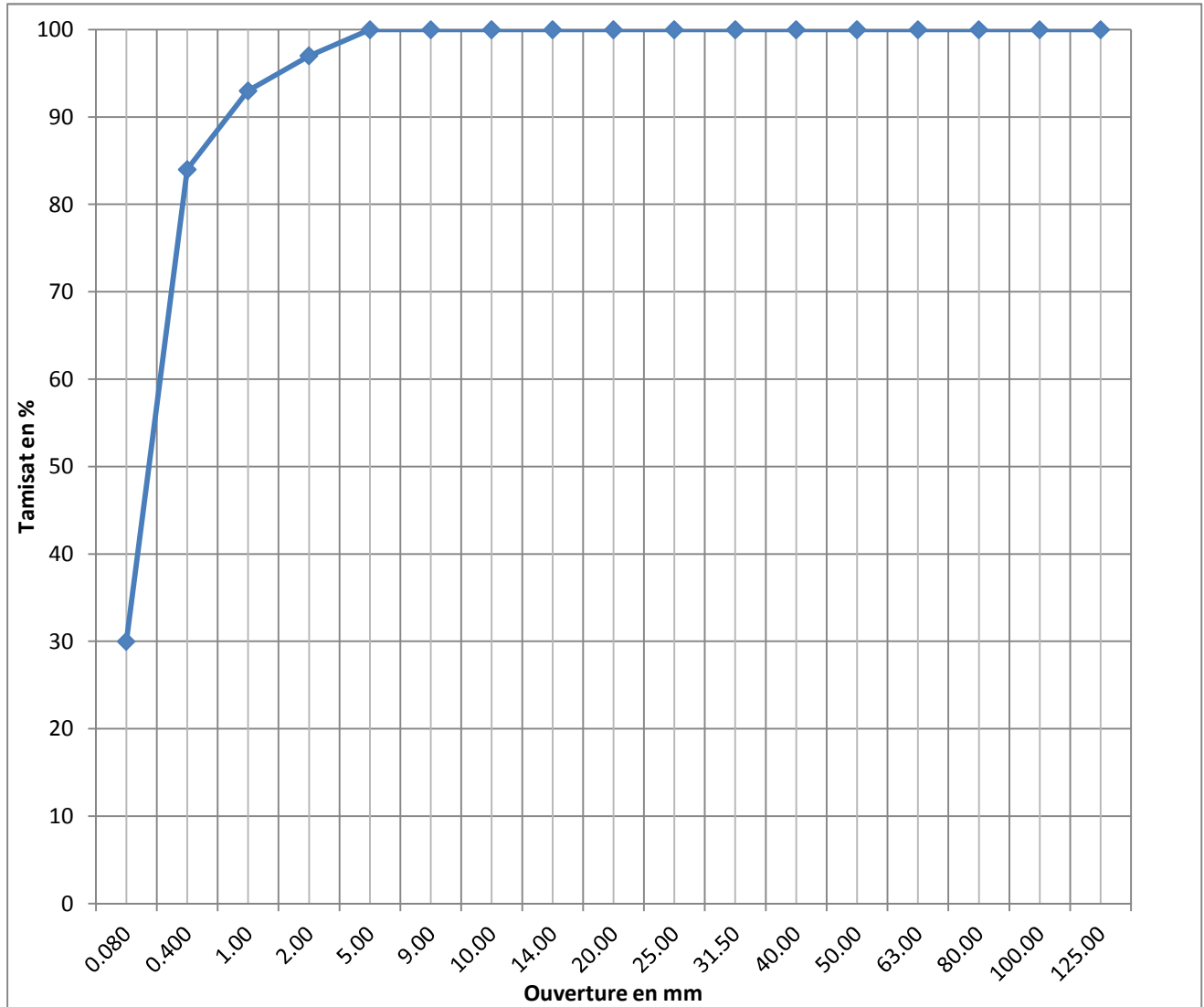
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513



Dorothée Mangold
Chef de Groupe

Page ANNEXE
20Q001376-002



Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e036595-005 (SED) - Average

Opérateur :

PKB8

Date de l'analyse :

samedi 7 mars 2020 12:11:59

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

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

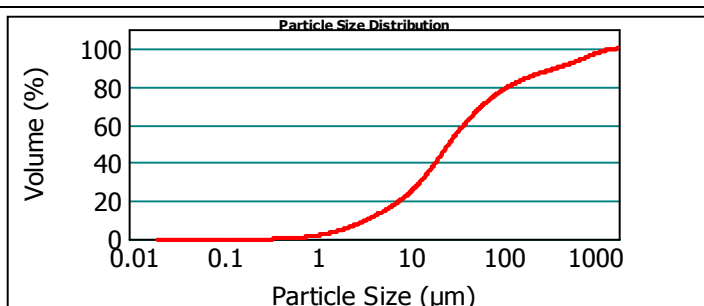
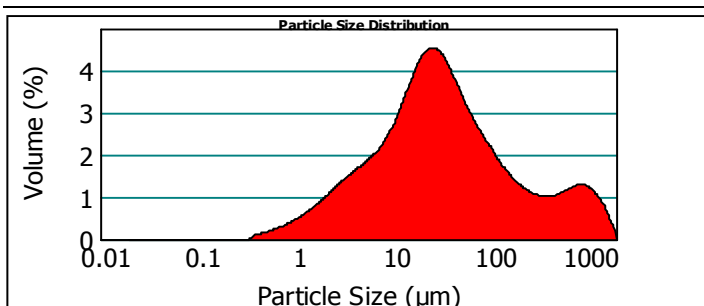
0.645 m²/g 142.378 μm 29.628 μm 89030.751 μm² 298.38 μm 4.805 μm 25.986 μm

*** Pourcentages cumulés :**

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 4.72%
 Percentage between 0.02 μm and 20.00 μm : 38.50%
 Percentage between 0.02 μm and 63.00 μm : 68.73%
 Percentage between 0.02 μm and 200.00 μm : 84.27%
 Percentage between 0.02 μm and 2000.00 μm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 4.72%
 Percentage between 2.00 μm and 20.00 μm : 33.77%
 Percentage between 20.00 μm and 50.00 μm : 25.34%
 Percentage between 50.00 μm and 200.00 μm : 20.43%
 Percentage between 20.00 μm and 63.00 μm : 30.23%
 Percentage between 63.00 μm and 200.00 μm : 15.54%
 Percentage between 200.00 μm and 2000.00 μm : 15.73%



■ 20e036595-005 (SED) - Average

samedi 7 mars 2020 12:11:59

Size (μm)	Volume In %
0.020	1.58
1.000	3.15
2.000	1.57
2.500	4.28
4.000	8.54
8.000	

Size (μm)	Volume In %
8.000	3.55
10.000	8.30
15.000	1.58
16.000	5.95
20.000	11.87
30.000	

Size (μm)	Volume In %
30.000	8.01
40.000	5.46
50.000	4.89
63.000	7.81
100.000	5.02
150.000	

Size (μm)	Volume In %
150.000	2.71
200.000	1.77
250.000	1.30
300.000	1.91
400.000	1.50
500.000	

Size (μm)	Volume In %
500.000	1.31
600.000	2.29
800.000	0.99
900.000	0.88
1000.000	2.84
1500.000	

Size (μm)	Volume In %
1500.000	0.93
2000.000	

Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00
1.000	1.58
2.000	4.72
2.500	6.30
4.000	10.58

Size (μm)	Vol Under %
8.000	19.12
10.000	22.67
15.000	30.96
16.000	32.54
20.000	38.50

Size (μm)	Vol Under %
30.000	50.36
40.000	58.38
50.000	63.84
63.000	68.73
100.000	76.53

Size (μm)	Vol Under %
150.000	81.56
200.000	84.27
250.000	86.04
300.000	87.35
400.000	89.26

Size (μm)	Vol Under %
500.000	90.76
600.000	92.07
800.000	94.36
900.000	95.35
1000.000	96.23

Size (μm)	Vol Under %
1500.000	99.07
2000.000	100.00

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000

Durée d'analyse : 2 X 30 secondes

Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU
0.020 μm à 2000 μm

Indice de réfraction : 1.33

Logiciel : Malvern Application 5.60

Liquide : Water 800 mL

Modèle optique : Fraunhofer

Obscurisation : 9.26 %

Vitesse de la pompe : 3000 rpm

- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-004852-01

Version du : 09/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002140

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
003	Sédiments	20E036595-005 / Naye 8 -	(84) (voir note ci-dessous)

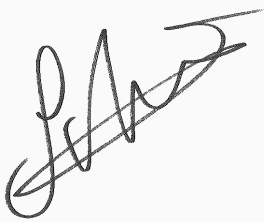
(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002140-003** | Version AR-20-IY-004852-01(09/03/2020) | Votre réf. 20E036595-005 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	05/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>		
	<56	NPP/g



Maude Schneider
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-006148-01

Version du : 20/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002160

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
003	Sédiments	20E036595-005 / Naye 8 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002160-003** | Version AR-20-IY-006148-01(20/03/2020) | Votre réf. 20E036595-005 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	20/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Ecotoxicologie marine

	Résultat	Unité
IY005 : Test sur embryon de bivalve - Huitres Prestation réalisée par nos soins	cf rapport	g/kg M.S.
<i>Technique - NF ISO 17244</i>		



Eloise Renouf
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**

***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

20E036595-005

Rapport d'analyses n° 20G002160-003 version 1 du 20/03/2020

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 14 pages.

SOMMAIRE

I. OBJET DU RAPPORT	3
II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	3
III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	3
IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	3
IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	3
IV.2 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u> <u>GIGAS</u> , NF ISO 17244 - 2015).....	4
IV.2.1 Préparation des solutions.....	4
IV.2.2 Obtention des gamètes	4
IV.2.3 Réalisation des fécondations.....	5
IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.....	5
IV.2.5 Obtention des résultats	5
V. RESULTATS	6
VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	7

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS

Adresse : 5, rue d'Otterswiller – F – 67700 Saverne

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 5 mars 2020 suivant commande n° EUFRSA2-00094515 du 28 février 2020 de Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé 20E036595-005 de siccité égale à 53 %.

Nom complet : 20E036595-005 PSV : Naye 8.

Date de prélèvement : NC.

Date de réception : 05/03/2020.

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 20G002160-003.

III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 09-10/03/2020.

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (9160) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : “ concentration sans effet observé ” ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : “ concentration minimale avec effet observé ” ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

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

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

IV.2 Test de toxicité sur le développement embryon-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

IV.2.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 10/03/2020.

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 gMS/L (grammes de Matière Sèche par litre) et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 gMS/L qui est remplacée par 5,0 gMS/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le Cu^{2+} , sous forme de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

IV.2.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1 mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

IV.2.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 μ L pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

IV.2.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀: modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CME0 : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

V. RESULTATS

NB : La date de prélèvement n'étant pas communiquée, nous ne pouvons garantir le respect des délais de stabilité/normatifs de mise en analyse et les résultats d'analyse peuvent donner lieu à des réserves.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 11/03/2020.

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,9	8,3	8,0	8,1
Salinité ‰	Méthode interne	31,9	3,1	29,9	32,1
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100	>100

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 12/03/2020.

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	8,0	8,0	8,1
Salinité ‰	Méthode interne	32,4	30,8	32,8
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100

Valeurs des descripteurs toxicologiques :

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	20E036595-005 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE₅₀	>10 gMS/L
			CSEO	10 gMS/L
			CME0	>10 gMS/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «20E036595-005»
 Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% (si calculable).

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 0 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 81,7 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 $\mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} : $\text{CE50 Cu}^{2+} = 13,3 \mu\text{g/L}$ (intervalle de confiance compris entre 10,6 et 15,6 $\mu\text{g/L}$; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 20/03/2020.

Eloïse Renouf, Ingénieur projet Ecotoxicologie marine.



ANNEXE 1 :

Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ ,6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ , 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ , 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ ,5H ₂ O	0,015
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 gMS/L	78	22	22.0%	4.5%
	78	22	22.0%	4.5%
	79	21	21.0%	3.3%
<i>Moyenne</i>	<i>78.3</i>	<i>21.7</i>	<i>21.7%</i>	<i>4.1%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 gMS/L	83	17	17.0%	-1.6%
	82	18	18.0%	-0.4%
	82	18	18.0%	-0.4%
<i>Moyenne</i>	<i>82.3</i>	<i>17.7</i>	<i>17.7%</i>	<i>-0.8%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 gMS/L	83	17	17.0%	-1.6%
	82	18	18.0%	-0.4%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>	<i>0.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 gMS/L	81	19	19.0%	0.8%
	79	21	21.0%	3.3%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>80.0</i>	<i>20.0</i>	<i>20.0%</i>	<i>2.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 gMS/L	80	20	20.0%	2.0%
	81	19	19.0%	0.8%
	81	19	19.0%	0.8%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

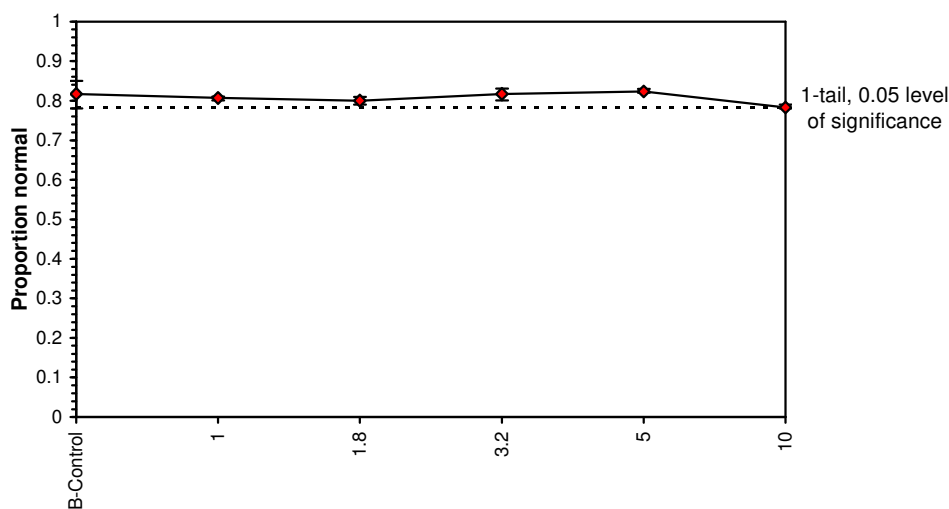
Start Date: 11/03/2020	Test ID: 2160-003	Sample ID: 20E036595-005
End Date: 12/03/2020	Lab ID:	Sample Type:
Sample Date:	Protocol: -NF ISO 17244-2015	Test Species: CG-Crassostrea gigas
Comments:		

Conc-gMS/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1	0.8000	0.8100	0.8100			
1.8	0.8100	0.7900	0.8000			
3.2	0.8300	0.8200	0.8000			
5	0.8300	0.8200	0.8200			
10	0.7800	0.7800	0.7900			

Conc-gMS/L	Mean	N-Mean	Transform: Arcsin Square Root					1-Tailed		
			Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6			
1	0.8067	0.9878	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	0.819	2.602	0.0436
1.8	0.8000	0.9796	1.1072	1.0948	1.1198	1.129	3	1.317	2.602	0.0436
3.2	0.8167	1.0000	1.1285	1.1071	1.1458	1.742	3	0.045	2.602	0.0436
5	0.8233	1.0082	1.1370	1.1326	1.1458	0.668	3	-0.462	2.602	0.0436
10	0.7833	0.9592	1.0866	1.0826	1.0948	0.647	3	2.546	2.602	0.0436

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.9334	0.873	0.2599	1.43703						
Bartlett's Test indicates equal variances ($p = 0.05$)	10.9286	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	10	>10			0.03484	0.04263	0.00109	0.00056	0.14506	5, 15

Dose-Response Plot



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Témoins positifs (Cu2+)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
18µg/L	22	78	78.0%	73.1%
	25	75	75.0%	69.4%
	24	76	76.0%	70.6%
<i>Moyenne</i>	<i>23.7</i>	<i>76.3</i>	<i>76.3%</i>	<i>71.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10µg/L	55	45	45.0%	32.7%
	61	39	39.0%	25.3%
	59	41	41.0%	27.8%
<i>Moyenne</i>	<i>58.3</i>	<i>41.7</i>	<i>41.7%</i>	<i>28.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5.6µg/L	75	25	25.0%	8.2%
	71	29	29.0%	13.1%
	71	29	29.0%	13.1%
<i>Moyenne</i>	<i>72.3</i>	<i>27.7</i>	<i>27.7%</i>	<i>11.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2µg/L	82	18	18.0%	-0.4%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.0</i>	<i>19.0</i>	<i>19.0%</i>	<i>0.8%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8µg/L	81	19	19.0%	0.8%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

Start Date: 11/03/2020 Test ID: Cu2+ Sample ID:
 End Date: 12/03/2020 Lab ID: Sample Type:
 Sample Date: Protocol: -NF ISO 17244-2015 Test Species: CG-Crassostrea gigas
 Comments:

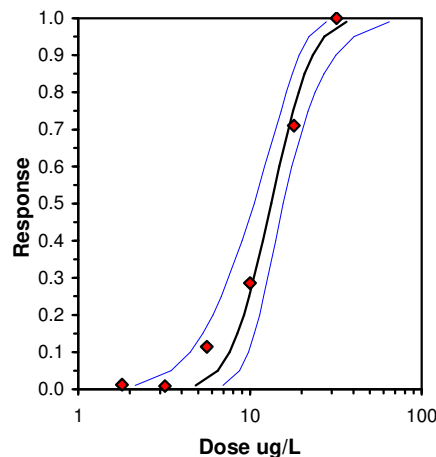
Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1.8	0.8100	0.8100	0.8000			
3.2	0.8200	0.8100	0.8000			
5.6	0.7500	0.7100	0.7100			
10	0.5500	0.6100	0.5900			
18	0.2200	0.2500	0.2400			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N					
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6				110	600
1.8	0.8067	0.9878	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	0.751	2.655	0.0485	58	300
3.2	0.8100	0.9918	1.1199	1.1071	1.1326	1.138	3	0.516	2.655	0.0485	57	300
*5.6	0.7233	0.8857	1.0171	1.0021	1.0472	2.559	3	6.134	2.655	0.0485	83	300
*10	0.5833	0.7143	0.8692	0.8355	0.8963	3.561	3	14.225	2.655	0.0485	125	300
*18	0.2367	0.2898	0.5079	0.4882	0.5236	3.552	3	33.988	2.655	0.0485	229	300
*32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	59.035	2.655	0.0485	300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.9676	0.884	0.18391	0.17945						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	3.2	5.6	4.2332		0.03894	0.04764	0.54112	0.00067	6.4E-20	6, 17

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	5.29398	0.75243	3.20491	7.38305	0.18333	15.0879	9.48773	4.5E-03	1.12323	0.18889	10
Intercept	-0.9464	0.90539	-3.4601	1.56742							
TSCR	0.20014	0.02111	0.14153	0.25876							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	4.82833	2.15227	6.95948							
EC05	3.355	6.49422	3.48371	8.67715							
EC10	3.718	7.60593	4.4931	9.78225							
EC15	3.964	8.46163	5.3265	10.6225							
EC20	4.158	9.20985	6.08998	11.3559							
EC25	4.326	9.90428	6.82317	12.0403							
EC40	4.747	11.8953	9.01405	14.0654							
EC50	5.000	13.281	10.5624	15.5838							
EC60	5.253	14.8281	12.243	17.4548							
EC75	5.674	17.8089	15.1605	21.7538							
EC80	5.842	19.1517	16.3248	23.9987							
EC85	6.036	20.8452	17.6876	27.073							
EC90	6.282	23.1903	19.4321	31.7227							
EC95	6.645	27.1602	22.1402	40.4831							
EC99	7.326	36.5311	27.8708	64.901							

Significant heterogeneity detected ($p = 4.52E-03$)



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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003051-01 Version du : 23/03/2020
Dossier N° : 20Q001376 Date de réception : 10/03/2020
Référence Dossier :
Référence Commande : EUFRSA200094513

Page 1/3

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
003	Solides Divers	20E036595-005	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003051-01 Version du : 23/03/2020

Page 2/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513

N° Echantillon **20Q001376-003**

Référence : 20E036595-005

Date de prélèvement :

Début d'analyse : 23/03/2020

Description échantillon : Naye 8 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 20 mm	100	%	
Passant à 14 mm	100	%	
Passant à 10 mm	99	%	
Passant à 9 mm	99	%	
Passant à 5 mm	98	%	
Passant à 2 mm	92	%	
Passant à 1 mm	86	%	
Passant à 400 µm	72	%	
Passant à 80 µm	36	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches
P.B. : Produit Brut

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg
67700 Saverne
SAS au capital de 115 750 €
APE 7120B RCS SAVERNE 529294100
TVA FR72529294100
Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531
Mail : Materiaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003051-01 Version du : 23/03/2020

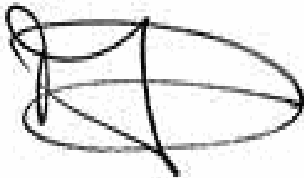
Page 3/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

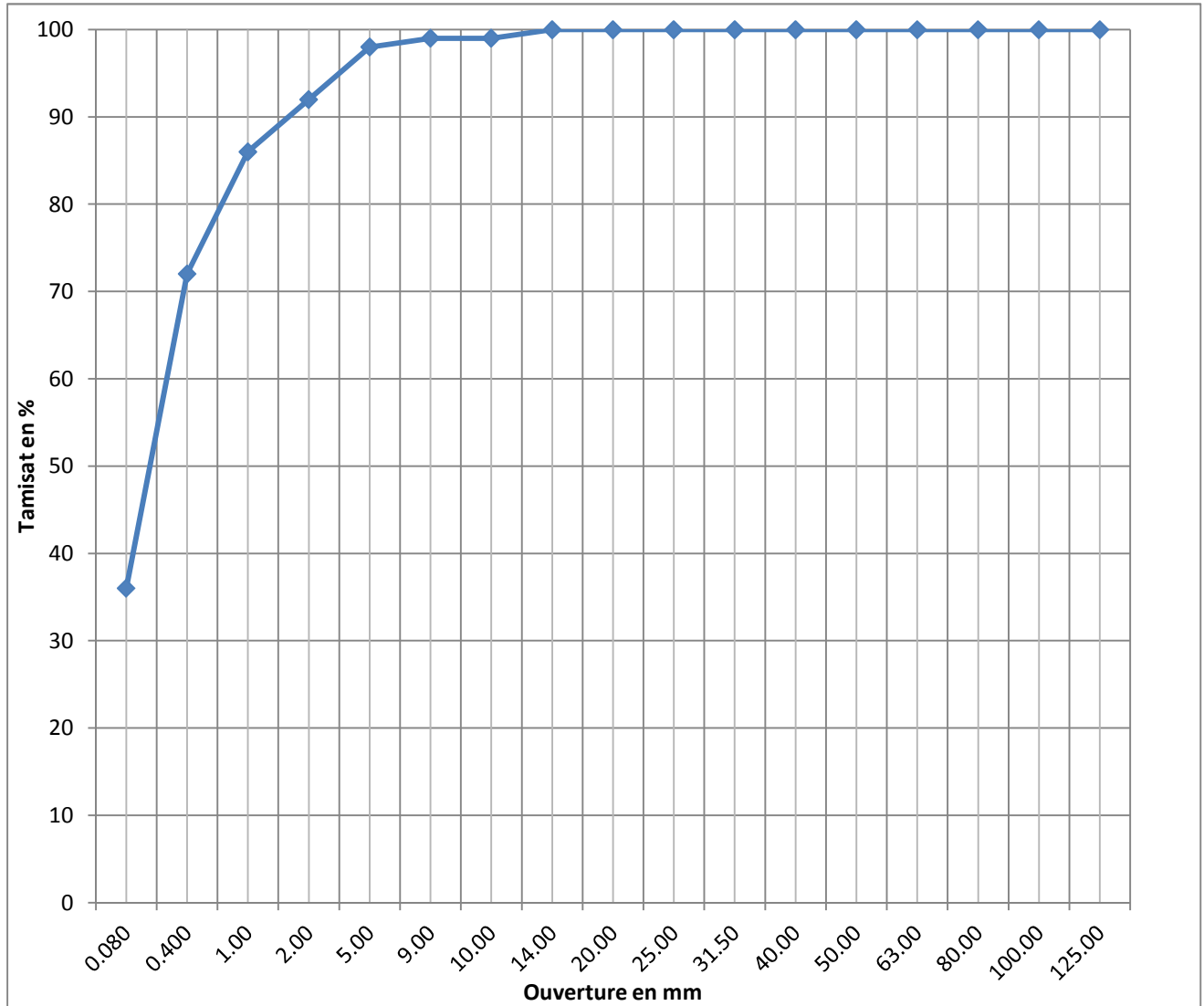
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513



Dorothée Mangold
Chef de Groupe

Page ANNEXE
20Q001376-003



Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e036595-006 (SED) - Average

Opérateur :

PKB8

Date de l'analyse :

samedi 7 mars 2020 12:17:11

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

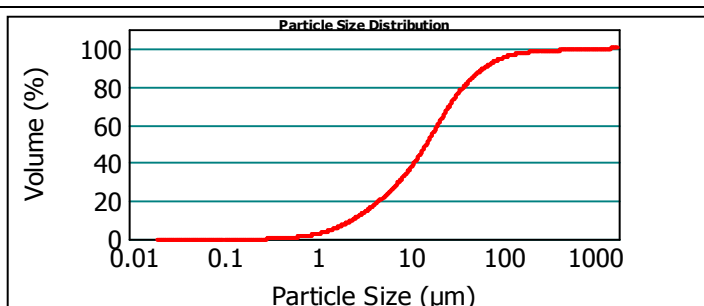
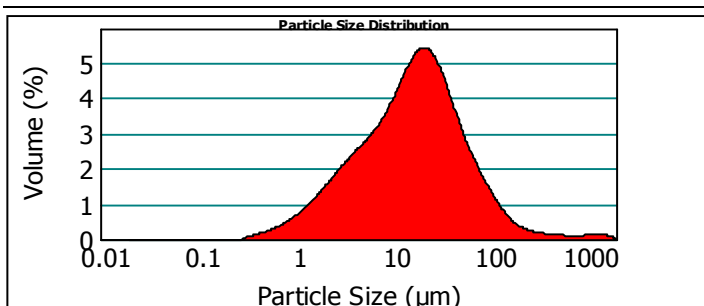
Surface spécifique : Moyenne : 0.924 m²/g Médiane : 40.233 µm Variance : 14221.3 µm² Ecart type : 119.253 µm Rapport moyenne/médiane : 2.384 µm Mode : 21.288 µm

* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 6.91%
 Percentage between 0.02 µm and 20.00 µm : 55.94%
 Percentage between 0.02 µm and 63.00 µm : 88.10%
 Percentage between 0.02 µm and 200.00 µm : 97.72%
 Percentage between 0.02 µm and 2000.00 µm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 6.91%
 Percentage between 2.00 µm and 20.00 µm : 49.04%
 Percentage between 20.00 µm and 50.00 µm : 27.82%
 Percentage between 50.00 µm and 200.00 µm : 13.96%
 Percentage between 20.00 µm and 63.00 µm : 32.16%
 Percentage between 63.00 µm and 200.00 µm : 9.62%
 Percentage between 200.00 µm and 2000.00 µm : 2.28%



■ 20e036595-006 (SED) - Average

samedi 7 mars 2020 12:17:11

Size (µm)	Volume In %
0.020	
1.000	2.25
2.000	4.66
2.500	2.38
4.000	6.50
8.000	13.09

Size (µm)	Volume In %
8.000	
10.000	5.35
15.000	11.84
16.000	2.14
20.000	7.74
30.000	14.05

Size (µm)	Volume In %
30.000	
40.000	8.49
50.000	5.29
63.000	4.33
100.000	5.89
150.000	2.75

Size (µm)	Volume In %
150.000	
200.000	0.98
250.000	0.46
300.000	0.27
400.000	0.33
500.000	0.20

Size (µm)	Volume In %
500.000	
600.000	0.14
800.000	0.20
900.000	0.07
1000.000	0.08
1500.000	0.38

Size (µm)	Volume In %
1500.000	
2000.000	0.16

Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00
1.000	2.25
2.000	6.91
2.500	9.28
4.000	15.78

Size (µm)	Vol Under %
8.000	28.87
10.000	34.22
15.000	46.07
16.000	48.20
20.000	55.94

Size (µm)	Vol Under %
30.000	69.99
40.000	78.48
50.000	83.77
63.000	88.10
100.000	93.99

Size (µm)	Vol Under %
150.000	96.75
200.000	97.72
250.000	98.18
300.000	98.45
400.000	98.78

Size (µm)	Vol Under %
500.000	98.98
600.000	99.11
800.000	99.31
900.000	99.38
1000.000	99.46

Size (µm)	Vol Under %
1500.000	99.84
2000.000	100.00

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000

Durée d'analyse : 2 X 30 secondes

Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU
0.020 µm à 2000 µm

Indice de réfraction : 1.33

Logiciel : Malvern Application 5.60

Liquide : Water 800 mL

Modèle optique : Fraunhofer

Obscurisation : 10.27 %

Vitesse de la pompe : 3000 rpm

- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-004853-01

Version du : 09/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002140

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
004	Sédiments	20E036595-006 / Naye 9 -	(84) (voir note ci-dessous)

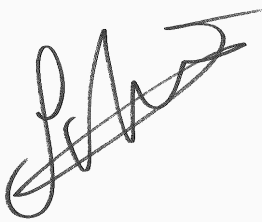
(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002140-004** | Version AR-20-IY-004853-01(09/03/2020) | Votre réf. 20E036595-006 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	05/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins		
<i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins		
<i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>		
	<56	NPP/g



Maude Schneider
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-006149-01

Version du : 20/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002160

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
004	Sédiments	20E036595-006 / Naye 9 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002160-004** | Version AR-20-IY-006149-01(20/03/2020) | Votre réf. 20E036595-006 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	20/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Ecotoxicologie marine

	Résultat	Unité
IY005 : Test sur embryon de bivalve - Huitres Prestation réalisée par nos soins	cf rapport	g/kg M.S.
<i>Technique - NF ISO 17244</i>		



Eloise Renouf
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**

***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

20E036595-006

Rapport d'analyses n° 20G002160-004 version 1 du 20/03/2020

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 14 pages.

SOMMAIRE

I. OBJET DU RAPPORT	3
II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	3
III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	3
IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	3
IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	3
IV.2 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u> <u>GIGAS</u> , NF ISO 17244 - 2015).....	4
IV.2.1 Préparation des solutions.....	4
IV.2.2 Obtention des gamètes	4
IV.2.3 Réalisation des fécondations.....	5
IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.....	5
IV.2.5 Obtention des résultats	5
V. RESULTATS	6
VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	7

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS

Adresse : 5, rue d'Otterswiller – F – 67700 Saverne

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 5 mars 2020 suivant commande n° EUFRSA2-00094515 du 28 février 2020 de Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé 20E036595-006 de siccité égale à 52 %.

Nom complet : 20E036595-006 PSV : Naye 9.

Date de prélèvement : NC.

Date de réception : 05/03/2020.

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 20G002160-004.

III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 09-10/03/2020.

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (9160) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : “ concentration sans effet observé ” ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CME0 : “ concentration minimale avec effet observé ” ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

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

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

IV.2 Test de toxicité sur le développement embryon-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

IV.2.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 10/03/2020.

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 gMS/L (grammes de Matière Sèche par litre) et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 gMS/L qui est remplacée par 5,0 gMS/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le Cu^{2+} , sous forme de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

IV.2.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1 mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

IV.2.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 µL pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

IV.2.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀: modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CME0 : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

V. RESULTATS

NB : La date de prélèvement n'étant pas communiquée, nous ne pouvons garantir le respect des délais de stabilité/normatifs de mise en analyse et les résultats d'analyse peuvent donner lieu à des réserves.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 11/03/2020.

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,9	8,7	8,0	8,1
Salinité ‰	Méthode interne	31,9	3,4	29,8	31,8
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100	>100

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 12/03/2020.

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	8,0	8,0	8,1
Salinité ‰	Méthode interne	32,4	30,6	32,6
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100

Valeurs des descripteurs toxicologiques :

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	20E036595-006 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE₅₀	>10 gMS/L
			CSEO	10 gMS/L
			CME0	>10 gMS/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «20E036595-006»
 Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% (si calculable).

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 1,2 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 81,7 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 $\mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} : $\text{CE50 Cu}^{2+} = 13,3 \mu\text{g/L}$ (intervalle de confiance compris entre 10,6 et 15,6 $\mu\text{g/L}$; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 20/03/2020.

Eloïse Renouf, Ingénieur projet Ecotoxicologie marine.



ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ ,6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ , 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ , 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ ,5H ₂ O	0,015
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 gMS/L	83	17	17.0%	-1.6%
	83	17	17.0%	-1.6%
	82	18	18.0%	-0.4%
<i>Moyenne</i>	<i>82.7</i>	<i>17.3</i>	<i>17.3%</i>	<i>-1.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 gMS/L	80	20	20.0%	2.0%
	81	19	19.0%	0.8%
	81	19	19.0%	0.8%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 gMS/L	82	18	18.0%	-0.4%
	82	18	18.0%	-0.4%
	82	18	18.0%	-0.4%
<i>Moyenne</i>	<i>82.0</i>	<i>18.0</i>	<i>18.0%</i>	<i>-0.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 gMS/L	80	20	20.0%	2.0%
	83	17	17.0%	-1.6%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.0</i>	<i>19.0</i>	<i>19.0%</i>	<i>0.8%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 gMS/L	80	20	20.0%	2.0%
	81	19	19.0%	0.8%
	82	18	18.0%	-0.4%
<i>Moyenne</i>	<i>81.0</i>	<i>19.0</i>	<i>19.0%</i>	<i>0.8%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

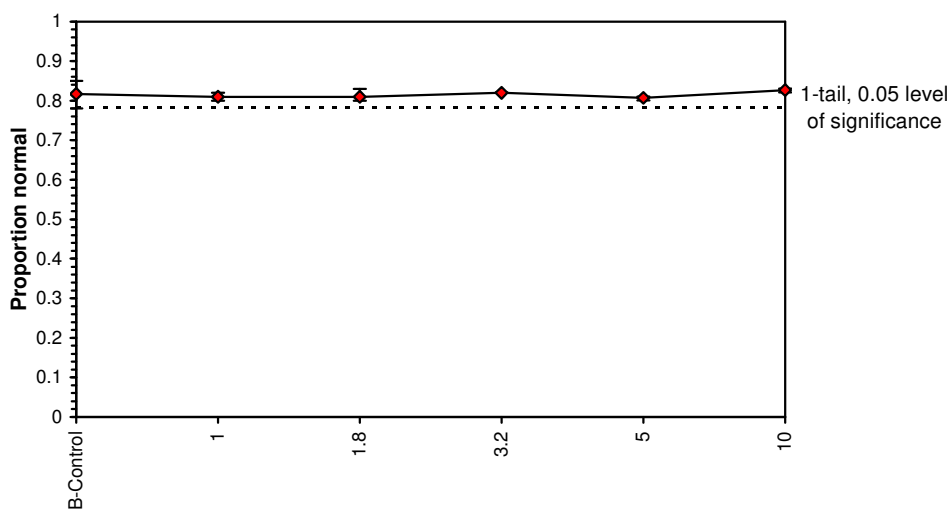
Start Date:	11/03/2020	Test ID:	2160-004	Sample ID:	20E036595-006
End Date:	12/03/2020	Lab ID:		Sample Type:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas
Comments:					

Conc-gMS/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1	0.8000	0.8100	0.8200			
1.8	0.8000	0.8300	0.8000			
3.2	0.8200	0.8200	0.8200			
5	0.8000	0.8100	0.8100			
10	0.8300	0.8300	0.8200			

Conc-gMS/L	Mean	N-Mean	Transform: Arcsin Square Root					1-Tailed		
			Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6			
1	0.8100	0.9918	1.1199	1.1071	1.1326	1.138	3	0.559	2.602	0.0439
1.8	0.8100	0.9918	1.1200	1.1071	1.1458	1.993	3	0.548	2.602	0.0439
3.2	0.8200	1.0041	1.1326	1.1326	1.1326	0.000	3	-0.199	2.602	0.0439
5	0.8067	0.9878	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	0.813	2.602	0.0439
10	0.8267	1.0122	1.1414	1.1326	1.1458	0.666	3	-0.719	2.602	0.0439

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.92237	0.873	0.35356	1.35218						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	10	>10			0.03514	0.04298	0.00029	0.00057	0.76761	5, 15

Dose-Response Plot



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Témoins positifs (Cu2+)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
18µg/L	22	78	78.0%	73.1%
	25	75	75.0%	69.4%
	24	76	76.0%	70.6%
<i>Moyenne</i>	<i>23.7</i>	<i>76.3</i>	<i>76.3%</i>	<i>71.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10µg/L	55	45	45.0%	32.7%
	61	39	39.0%	25.3%
	59	41	41.0%	27.8%
<i>Moyenne</i>	<i>58.3</i>	<i>41.7</i>	<i>41.7%</i>	<i>28.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5.6µg/L	75	25	25.0%	8.2%
	71	29	29.0%	13.1%
	71	29	29.0%	13.1%
<i>Moyenne</i>	<i>72.3</i>	<i>27.7</i>	<i>27.7%</i>	<i>11.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2µg/L	82	18	18.0%	-0.4%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.0</i>	<i>19.0</i>	<i>19.0%</i>	<i>0.8%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8µg/L	81	19	19.0%	0.8%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

Start Date: 11/03/2020	Test ID: Cu2+	Sample ID:
End Date: 12/03/2020	Lab ID:	Sample Type:
Sample Date:	Protocol: -NF ISO 17244-2015	Test Species: CG-Crassostrea gigas
Comments:		

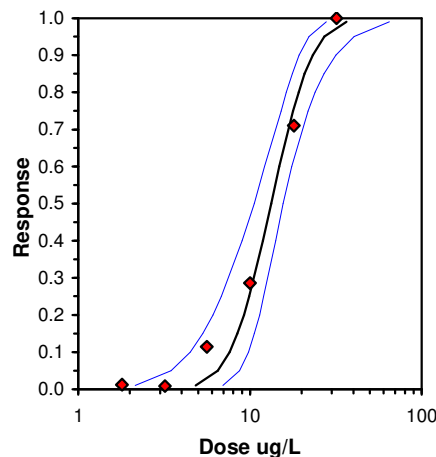
Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1.8	0.8100	0.8100	0.8000			
3.2	0.8200	0.8100	0.8000			
5.6	0.7500	0.7100	0.7100			
10	0.5500	0.6100	0.5900			
18	0.2200	0.2500	0.2400			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							1-Tailed t-Stat	Critical	MSD	Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N					
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6				110	600
1.8	0.8067	0.9878	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	0.751	2.655	0.0485	58	300
3.2	0.8100	0.9918	1.1199	1.1071	1.1326	1.138	3	0.516	2.655	0.0485	57	300
*5.6	0.7233	0.8857	1.0171	1.0021	1.0472	2.559	3	6.134	2.655	0.0485	83	300
*10	0.5833	0.7143	0.8692	0.8355	0.8963	3.561	3	14.225	2.655	0.0485	125	300
*18	0.2367	0.2898	0.5079	0.4882	0.5236	3.552	3	33.988	2.655	0.0485	229	300
*32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	59.035	2.655	0.0485	300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.9676	0.884	0.18391	0.17945						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	3.2	5.6	4.2332		0.03894	0.04764	0.54112	0.00067	6.4E-20	6, 17

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	5.29398	0.75243	3.20491	7.38305	0.18333	15.0879	9.48773	4.5E-03	1.12323	0.18889	10
Intercept	-0.9464	0.90539	-3.4601	1.56742							
TSCR	0.20014	0.02111	0.14153	0.25876							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	4.82833	2.15227	6.95948							
EC05	3.355	6.49422	3.48371	8.67715							
EC10	3.718	7.60593	4.4931	9.78225							
EC15	3.964	8.46163	5.3265	10.6225							
EC20	4.158	9.20985	6.08998	11.3559							
EC25	4.326	9.90428	6.82317	12.0403							
EC40	4.747	11.8953	9.01405	14.0654							
EC50	5.000	13.281	10.5624	15.5838							
EC60	5.253	14.8281	12.243	17.4548							
EC75	5.674	17.8089	15.1605	21.7538							
EC80	5.842	19.1517	16.3248	23.9987							
EC85	6.036	20.8452	17.6876	27.073							
EC90	6.282	23.1903	19.4321	31.7227							
EC95	6.645	27.1602	22.1402	40.4831							
EC99	7.326	36.5311	27.8708	64.901							

Significant heterogeneity detected ($p = 4.52E-03$)



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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003052-01 Version du : 23/03/2020
Dossier N° : 20Q001376 Date de réception : 10/03/2020
Référence Dossier :
Référence Commande : EUFRSA200094513

Page 1/3

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
004	Solides Divers	20E036595-006	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003052-01 Version du : 23/03/2020

Page 2/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513

N° Echantillon **20Q001376-004**

Référence : 20E036595-006

Date de prélèvement :

Début d'analyse : 23/03/2020

Description échantillon : Naye 9 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 20 mm	100	%	
Passant à 14 mm	100	%	
Passant à 10 mm	100	%	
Passant à 9 mm	100	%	
Passant à 5 mm	100	%	
Passant à 2 mm	96	%	
Passant à 1 mm	92	%	
Passant à 400 µm	87	%	
Passant à 80 µm	74	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches

P.B. : Produit Brut

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Materiaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003052-01 Version du : 23/03/2020

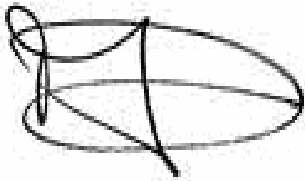
Page 3/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

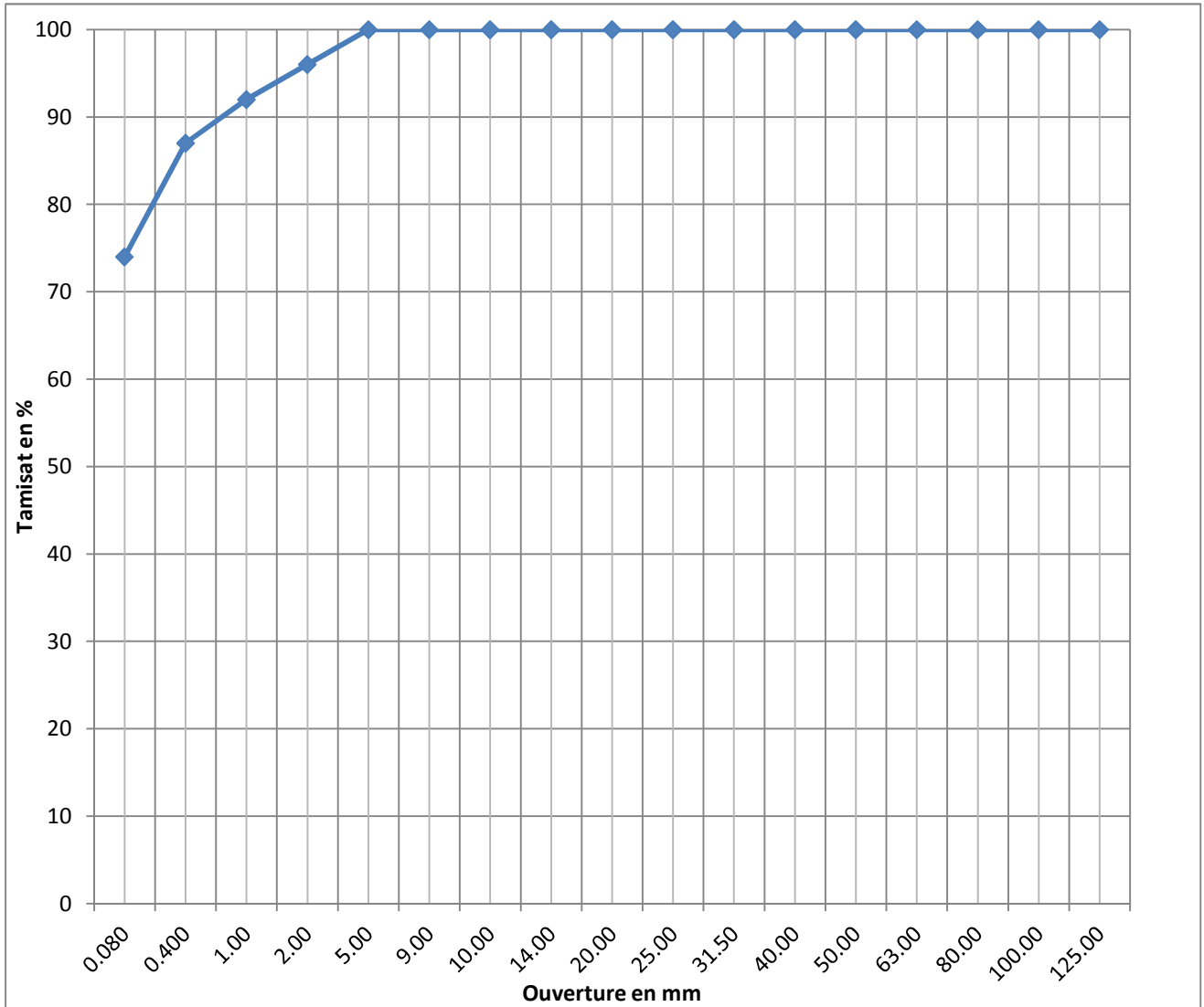
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513



Dorothée Mangold
Chef de Groupe

Page ANNEXE
20Q001376-004



Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e036595-007 (SED) - Average

Opérateur :

PKB8

Date de l'analyse :

samedi 7 mars 2020 12:21:24

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

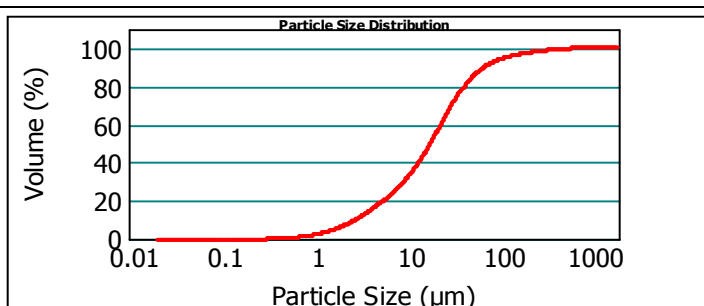
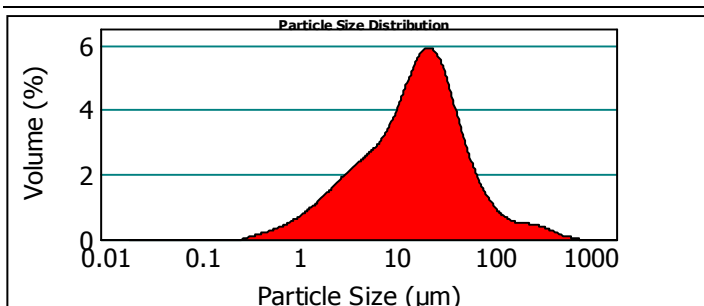
Surface spécifique : 0.874 m²/g **Moyenne :** 34.559 µm **Médiane :** 18.404 µm **Variance :** 3608.315 µm² **Ecart type :** 60.069 µm **Rapport moyenne/médiane :** 1.877 µm **Mode :** 23.666 µm

* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 6.44%
 Percentage between 0.02 µm and 20.00 µm : 53.09%
 Percentage between 0.02 µm and 63.00 µm : 88.61%
 Percentage between 0.02 µm and 200.00 µm : 97.40%
 Percentage between 0.02 µm and 2000.00 µm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 6.44%
 Percentage between 2.00 µm and 20.00 µm : 46.66%
 Percentage between 20.00 µm and 50.00 µm : 31.00%
 Percentage between 50.00 µm and 200.00 µm : 13.31%
 Percentage between 20.00 µm and 63.00 µm : 35.51%
 Percentage between 63.00 µm and 200.00 µm : 8.79%
 Percentage between 200.00 µm and 2000.00 µm : 2.60%



20e036595-007 (SED) - Average

samedi 7 mars 2020 12:21:24

Size (µm)	Volume In %
0.020	
1.000	2.14
2.000	4.30
2.500	2.17
4.000	5.95
8.000	11.94

Size (µm)	Volume In %
8.000	4.95
10.000	11.44
15.000	2.16
16.000	8.05
20.000	15.48
30.000	

Size (µm)	Volume In %
30.000	9.65
40.000	5.87
50.000	4.52
63.000	5.39
100.000	2.35
150.000	

Size (µm)	Volume In %
150.000	1.05
200.000	0.72
250.000	0.55
300.000	0.72
400.000	0.37
500.000	

Size (µm)	Volume In %
500.000	0.15
600.000	0.10
800.000	0.00
900.000	0.00
1000.000	0.00
1500.000	0.00

Size (µm)	Volume In %
1500.000	0.00
2000.000	

Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00
1.000	2.14
2.000	6.44
2.500	8.61
4.000	14.56

Size (µm)	Vol Under %
8.000	26.50
10.000	31.45
15.000	42.89
16.000	45.04
20.000	53.09

Size (µm)	Vol Under %
30.000	68.57
40.000	78.22
50.000	84.09
63.000	88.61
100.000	94.00

Size (µm)	Vol Under %
150.000	96.34
200.000	97.40
250.000	98.11
300.000	98.66
400.000	99.38

Size (µm)	Vol Under %
500.000	99.75
600.000	99.90
800.000	100.00
900.000	100.00
1000.000	100.00

Size (µm)	Vol Under %
1500.000	100.00
2000.000	100.00

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000

Durée d'analyse : 2 X 30 secondes

Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU
0.020 µm à 2000 µm

Indice de réfraction : 1.33

Logiciel : Malvern Application 5.60

Liquide : Water 800 mL

Modèle optique : Fraunhofer

Obscurisation : 7.13 %

Vitesse de la pompe : 3000 rpm

- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-004854-01

Version du : 09/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002140

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
005	Sédiments	20E036595-007 / Naye 10 -	(84) (voir note ci-dessous)

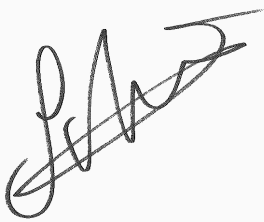
(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002140-005** | Version AR-20-IY-004854-01(09/03/2020) | Votre réf. 20E036595-007 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	05/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>	<56	NPP/g



Maude Schneider
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-006150-01

Version du : 20/03/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G002160

Date de réception : 05/03/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200094515

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
005	Sédiments	20E036595-007 / Naye 10 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G002160-005** | Version AR-20-IY-006150-01(20/03/2020) | Votre réf. 20E036595-007 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	4.5°C	Date de réception	05/03/2020 09:23
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	20/03/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Ecotoxicologie marine

	Résultat	Unité
IY005 : Test sur embryon de bivalve - Huitres Prestation réalisée par nos soins	cf rapport	g/kg M.S.
<i>Technique - NF ISO 17244</i>		



Eloise Renouf
Ingénieur Projets

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**

***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

20E036595-007

Rapport d'analyses n° 20G002160-005 version 1 du 20/03/2020

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 14 pages.

SOMMAIRE

I. OBJET DU RAPPORT	3
II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	3
III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	3
IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	3
IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	3
IV.2 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u> <u>GIGAS</u> , NF ISO 17244 - 2015).....	4
IV.2.1 Préparation des solutions.....	4
IV.2.2 Obtention des gamètes	4
IV.2.3 Réalisation des fécondations.....	5
IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.....	5
IV.2.5 Obtention des résultats	5
V. RESULTATS	6
VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	7

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS

Adresse : 5, rue d'Otterswiller – F – 67700 Saverne

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 5 mars 2020 suivant commande n° EUFRSA2-00094515 du 28 février 2020 de Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé 20E036595-007 de siccité égale à 65 %.

Nom complet : 20E036595-007 PSV : Naye 10.

Date de prélèvement : NC.

Date de réception : 05/03/2020.

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 20G002160-005.

III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 09-10/03/2020.

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (9160) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : “ concentration sans effet observé ” ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : “ concentration minimale avec effet observé ” ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

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

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

IV.2 Test de toxicité sur le développement embryon-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

IV.2.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 10/03/2020.

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 gMS/L (grammes de Matière Sèche par litre) et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 gMS/L qui est remplacée par 5,0 gMS/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le Cu^{2+} , sous forme de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

IV.2.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1 mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

IV.2.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 μ L pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

IV.2.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀: modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CME0 : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

V. RESULTATS

NB : La date de prélèvement n'étant pas communiquée, nous ne pouvons garantir le respect des délais de stabilité/normatifs de mise en analyse et les résultats d'analyse peuvent donner lieu à des réserves.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 11/03/2020.

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,9	8,8	8,0	8,1
Salinité ‰	Méthode interne	31,9	2,0	29,9	31,8
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100	>100

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 12/03/2020.

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	8,0	8,1	8,1
Salinité ‰	Méthode interne	32,4	30,8	32,6
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100

Valeurs des descripteurs toxicologiques :

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	20E036595-007 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE₅₀	>10 gMS/L
			CSEO	5 gMS/L
			CME0	10 gMS/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «20E036595-007»
 Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% (si calculable).

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 4,1 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 81,7 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 $\mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} : $\text{CE50 Cu}^{2+} = 13,3 \mu\text{g/L}$ (intervalle de confiance compris entre 10,6 et 15,6 $\mu\text{g/L}$; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 20/03/2020.

Eloïse Renouf, Ingénieur projet Ecotoxicologie marine.



ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ ,6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ , 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ , 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ ,5H ₂ O	0,015
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 gMS/L	77	23	23.0%	5.7%
	76	24	24.0%	6.9%
	76	24	24.0%	6.9%
<i>Moyenne</i>	<i>76.3</i>	<i>23.7</i>	<i>23.7%</i>	<i>6.5%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 gMS/L	79	21	21.0%	3.3%
	78	22	22.0%	4.5%
	78	22	22.0%	4.5%
<i>Moyenne</i>	<i>78.3</i>	<i>21.7</i>	<i>21.7%</i>	<i>4.1%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 gMS/L	80	20	20.0%	2.0%
	82	18	18.0%	-0.4%
	81	19	19.0%	0.8%
<i>Moyenne</i>	<i>81.0</i>	<i>19.0</i>	<i>19.0%</i>	<i>0.8%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 gMS/L	80	20	20.0%	2.0%
	80	20	20.0%	2.0%
	82	18	18.0%	-0.4%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 gMS/L	81	19	19.0%	0.8%
	83	17	17.0%	-1.6%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.3</i>	<i>18.7</i>	<i>18.7%</i>	<i>0.4%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

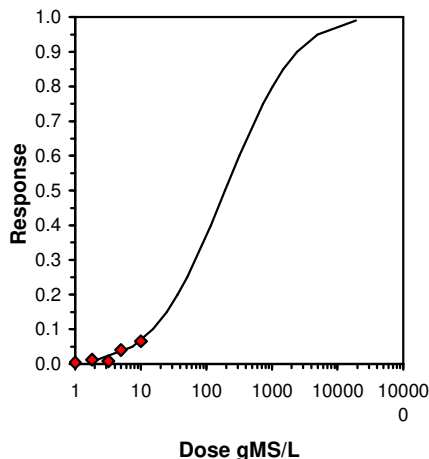
Start Date: 11/03/2020	Test ID: 2160-005	Sample ID: 20E036595-007
End Date: 12/03/2020	Lab ID:	Sample Type:
Sample Date:	Protocol: -NF ISO 17244-2015	Test Species: CG-Crassostrea gigas
Comments:		

Conc-gMS/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1	0.8100	0.8300	0.8000			
1.8	0.8000	0.8000	0.8200			
3.2	0.8000	0.8200	0.8100			
5	0.7900	0.7800	0.7800			
10	0.7700	0.7600	0.7600			

Conc-gMS/L	Transform: Arcsin Square Root							1-Tailed			Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD		
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6				110	600
1	0.8133	0.9959	1.1242	1.1071	1.1458	1.754	3	0.296	2.602	0.0444	56	300
1.8	0.8067	0.9878	1.1156	1.1071	1.1326	1.320	3	0.799	2.602	0.0444	58	300
3.2	0.8100	0.9918	1.1199	1.1071	1.1326	1.138	3	0.553	2.602	0.0444	57	300
5	0.7833	0.9592	1.0866	1.0826	1.0948	0.647	3	2.498	2.602	0.0444	65	300
*10	0.7633	0.9347	1.0628	1.0588	1.0706	0.641	3	3.899	2.602	0.0444	71	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution (p > 0.01)	0.9456	0.873	0.32737	1.11278						
Bartlett's Test indicates equal variances (p = 0.10)	9.31089	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	5	10	7.07107		0.03552	0.04346	0.00231	0.00058	0.01712	5, 15

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	1.16575	1.10207	-0.9943	3.32582	0.18333	0.25368	7.81473	0.97	2.28523	0.85782	3
Intercept	2.336	0.98735	0.4008	4.2712							
TSCR	0.18328	0.01447	0.15492	0.21163							
Point	Probits	gMS/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	1.94824									
EC05	3.355	7.48584									
EC10	3.718	15.3422									
EC15	3.964	24.8974									
EC20	4.158	36.582									
EC25	4.326	50.8904									
EC40	4.747	116.923									
EC50	5.000	192.852									
EC60	5.253	318.091									
EC75	5.674	730.827									
EC80	5.842	1016.68									
EC85	6.036	1493.81									
EC90	6.282	2424.17									
EC95	6.645	4968.32									
EC99	7.326	19090.1									



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	85	15	15.0%
2	82	18	18.0%
3	80	20	20.0%
4	80	20	20.0%
5	78	22	22.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>

Témoins positifs (Cu2+)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
18µg/L	22	78	78.0%	73.1%
	25	75	75.0%	69.4%
	24	76	76.0%	70.6%
<i>Moyenne</i>	<i>23.7</i>	<i>76.3</i>	<i>76.3%</i>	<i>71.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10µg/L	55	45	45.0%	32.7%
	61	39	39.0%	25.3%
	59	41	41.0%	27.8%
<i>Moyenne</i>	<i>58.3</i>	<i>41.7</i>	<i>41.7%</i>	<i>28.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5.6µg/L	75	25	25.0%	8.2%
	71	29	29.0%	13.1%
	71	29	29.0%	13.1%
<i>Moyenne</i>	<i>72.3</i>	<i>27.7</i>	<i>27.7%</i>	<i>11.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2µg/L	82	18	18.0%	-0.4%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.0</i>	<i>19.0</i>	<i>19.0%</i>	<i>0.8%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8µg/L	81	19	19.0%	0.8%
	81	19	19.0%	0.8%
	80	20	20.0%	2.0%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>1.2%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

Start Date: 11/03/2020 Test ID: Cu2+ Sample ID:
 End Date: 12/03/2020 Lab ID: Sample Type:
 Sample Date: Protocol: -NF ISO 17244-2015 Test Species: CG-Crassostrea gigas
 Comments:

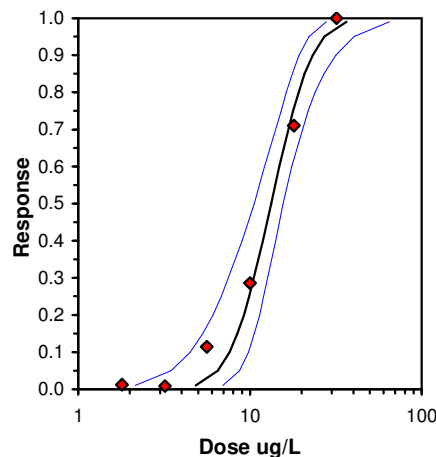
Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8500	0.8200	0.8000	0.8000	0.7800	0.8500
1.8	0.8100	0.8100	0.8000			
3.2	0.8200	0.8100	0.8000			
5.6	0.7500	0.7100	0.7100			
10	0.5500	0.6100	0.5900			
18	0.2200	0.2500	0.2400			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N					
B-Control	0.8167	1.0000	1.1293	1.0826	1.1731	3.316	6				110	600
1.8	0.8067	0.9878	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	0.751	2.655	0.0485	58	300
3.2	0.8100	0.9918	1.1199	1.1071	1.1326	1.138	3	0.516	2.655	0.0485	57	300
*5.6	0.7233	0.8857	1.0171	1.0021	1.0472	2.559	3	6.134	2.655	0.0485	83	300
*10	0.5833	0.7143	0.8692	0.8355	0.8963	3.561	3	14.225	2.655	0.0485	125	300
*18	0.2367	0.2898	0.5079	0.4882	0.5236	3.552	3	33.988	2.655	0.0485	229	300
*32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	59.035	2.655	0.0485	300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.9676	0.884	0.18391	0.17945						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	3.2	5.6	4.2332		0.03894	0.04764	0.54112	0.00067	6.4E-20	6, 17

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	5.29398	0.75243	3.20491	7.38305	0.18333	15.0879	9.48773	4.5E-03	1.12323	0.18889	10
Intercept	-0.9464	0.90539	-3.4601	1.56742							
TSCR	0.20014	0.02111	0.14153	0.25876							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	4.82833	2.15227	6.95948							
EC05	3.355	6.49422	3.48371	8.67715							
EC10	3.718	7.60593	4.4931	9.78225							
EC15	3.964	8.46163	5.3265	10.6225							
EC20	4.158	9.20985	6.08998	11.3559							
EC25	4.326	9.90428	6.82317	12.0403							
EC40	4.747	11.8953	9.01405	14.0654							
EC50	5.000	13.281	10.5624	15.5838							
EC60	5.253	14.8281	12.243	17.4548							
EC75	5.674	17.8089	15.1605	21.7538							
EC80	5.842	19.1517	16.3248	23.9987							
EC85	6.036	20.8452	17.6876	27.073							
EC90	6.282	23.1903	19.4321	31.7227							
EC95	6.645	27.1602	22.1402	40.4831							
EC99	7.326	36.5311	27.8708	64.901							

Significant heterogeneity detected ($p = 4.52E-03$)



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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003053-01 Version du : 23/03/2020

Page 1/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
005	Solides Divers	20E036595-007	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Materiaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003053-01 Version du : 23/03/2020
 Dossier N° : 20Q001376 Date de réception : 10/03/2020
 Référence Dossier :
 Référence Commande : EUFRSA200094513

Page 2/3

N° Echantillon **20Q001376-005** Référence : 20E036595-007
 Date de prélèvement :
 Début d'analyse : 23/03/2020
 Description échantillon : Naye 10 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 20 mm	100	%	
Passant à 14 mm	100	%	
Passant à 10 mm	99	%	
Passant à 9 mm	99	%	
Passant à 5 mm	98	%	
Passant à 2 mm	91	%	
Passant à 1 mm	83	%	
Passant à 400 µm	68	%	
Passant à 80 µm	46	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches
 P.B. : Produit Brut

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg
 67700 Saverne
 SAS au capital de 115 750 €
 APE 7120B RCS SAVERNE 529294100
 TVA FR72529294100
 Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531
 Mail : Materiaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-003053-01 Version du : 23/03/2020

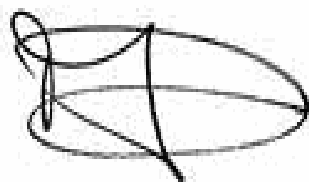
Page 3/3

Dossier N° : 20Q001376

Date de réception : 10/03/2020

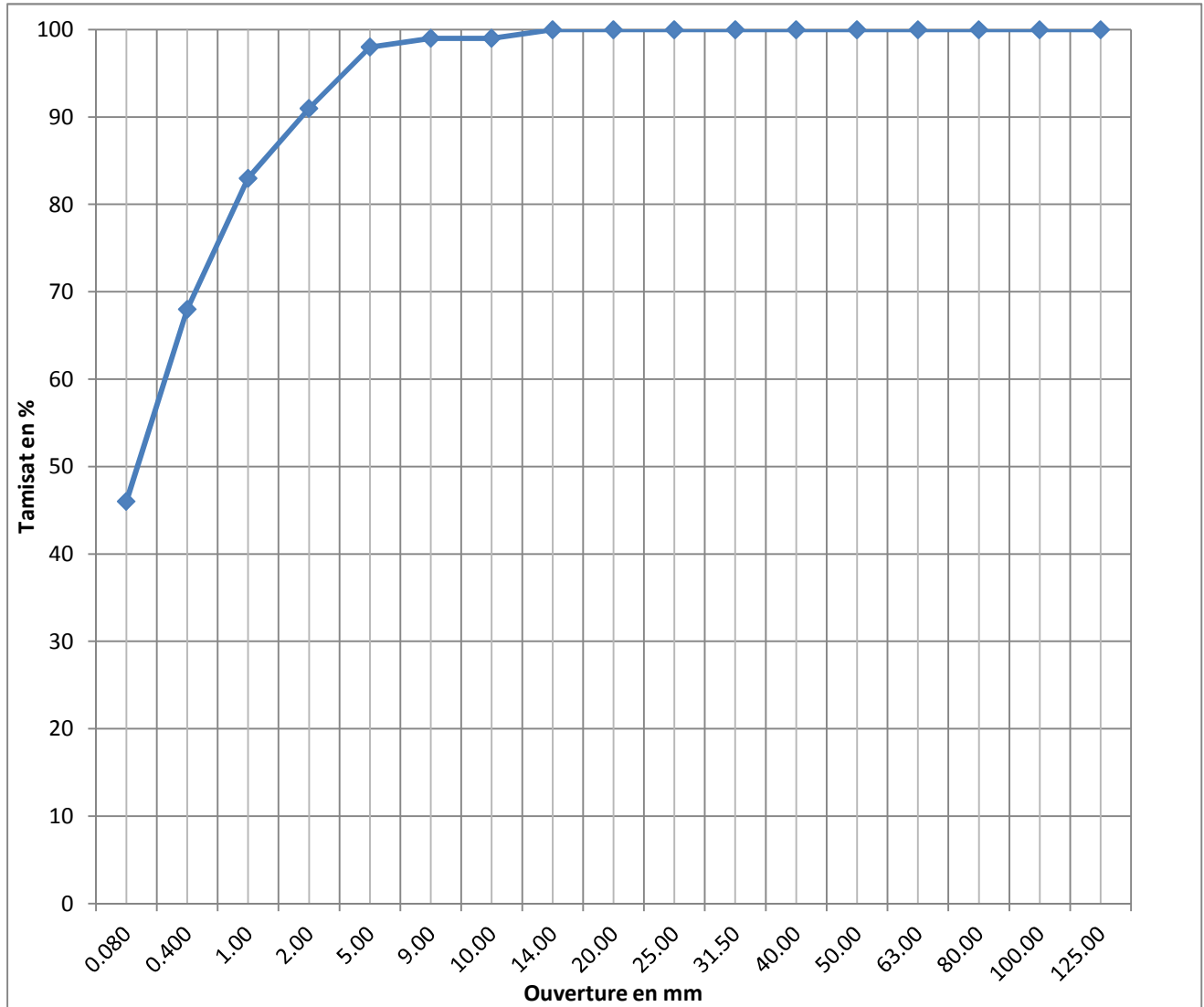
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200094513



Dorothee Mangold
Chef de Groupe

Page ANNEXE
20Q001376-005





Mode de calcul des sommes

Contexte



Nous vous rappelons que notre laboratoire a mis en place depuis 2017 un nouveau mode de calcul des sommes.

Il s'appuie sur l'**Arrêté du 21 décembre 2007** relatif aux modalités d'établissement des redevances pour pollution de l'eau et pour modernisation des réseaux de collecte, qui définit les règles d'utilisation d'un résultat inférieur à la limite de quantification lors d'un calcul.

Ce mode de calcul est déjà appliqué aux matrices solides (sols-boues-sédiments-solides divers-enrobés routiers). Il en est désormais de même pour les matrices liquides (eaux douces-eaux résiduaires-eaux salines-éluats...) et les Gaz des Sols.

Cas général

Le résultat rendu dorénavant sur tous nos échantillons ne sera plus encadré par un intervalle de valeurs mais correspondra à un résultat unique. *LQ = limite de quantification*

1/ Existence d'une LQ réglementaire

Pour les matrices **Eaux résiduaires, Eaux douces et Sédiments**, la LQ réglementaire est celle définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'**Arrêté du 27 octobre 2011**, portant les modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau.

Pour la **matrice d'Eau de Consommation**, la LQ réglementaire est celle définie selon l'**Arrêté du 11 janvier 2019** modifiant l'arrêté du 5 juillet 2016 relatif aux conditions d'agrément des laboratoires pour la réalisation des prélèvements et des analyses du contrôle sanitaire des eaux et l'arrêté du 19 octobre 2017 relatif aux méthodes d'analyse utilisées dans le cadre du contrôle sanitaire des eaux.

Résultat d'analyse < LQ laboratoire < LQ réglementaire
→ Résultat = 0

Exemple pour les métaux :

Cd : LQ labo = 0.1 mg/L et LQ réglementaire = 0.1 mg/L
Pb : LQ labo = 0.05 mg/L et LQ réglementaire = 0.1 mg/L

Dans ce cas, le résultat retenu pour chaque métal sera « zéro ».

Résultat d'analyse < LQ laboratoire > LQ réglementaire
→ Résultat = LQ labo / 2

Exemple pour les PCB :

PCB 28 : LQ labo = 0.2 µg/L et LQ réglementaire = 0.1 µg/L
PCB 52 : LQ labo = 0.2 µg/L et LQ réglementaire = 0.1 µg/L
PCB 180 : LQ labo = 0.2 µg/L et LQ réglementaire = 0.1 µg/L
Dans ce cas, le résultat retenu pour chaque PCB sera « LQ labo/2 »

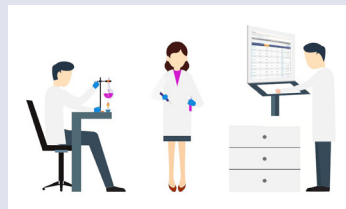
2/ Absence d'une LQ réglementaire

Résultat d'analyse < LQ laboratoire
→ Résultat = 0

Exemple pour les BTEX :

Benzène => < 10 µg/L
Toluène => < 10 µg/L
Ethylbenzène => < 10 µg/L
Xylènes => < 10 µg/L

Dans ce cas, le résultat retenu pour chaque BTEX sera « zéro ».



Calcul de la somme des résultats

→ si au final la somme des résultats est égale à « zéro », alors le résultat rendu correspondra à la LQ laboratoire la plus élevée des paramètres sommés

Exemple pour les BTEX :

LQ Benzène => < 10 µg/support
LQ Toluène => < 10 µg/support
LQ Ethylbenzène => < 10 µg/support
LQ Xylène => < 20 µg/support
Le résultat de la somme sera < 20 µg/support

→ si au final la somme des résultats est différente de « zéro », alors le résultat rendu correspondra à la somme des résultats obtenus pour les différents paramètres sommés.

Exemple pour les urées :

Buturon = 0.05 µg/L
Chlorbromuron = 0.05 µg/L
Chlortoluron < 0.05 µg/L
Le résultat de la somme sera de 0.05 + 0.05 + 0 = 0.10 µg/L

Cas particuliers

À partir de janvier 2020 pour les analyses nécessitant une pondération dans le rendu des résultats, le calcul des sommes sera également modifié.

Cette évolution fera l'objet d'une communication particulière prochainement.

**ANNEXE 3 : RESULTATS D'ANALYSES POUR LES ECHANTILLONS
DE LA CAMPAGNE DE MAI 2020**

CREOCEAN**Jerôme DAVIGNON**

4 Rue Viviani – CS 26220

44262 NANTES CEDEX 2

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

Coordinateur de Projets Clients : Alexandra Scherrer / AlexandraScherrer@eurofins.com / +33 388025186

N° Ech	Matrice		Référence échantillon
001	Sédiments	(SED)	Naye 4
002	Sédiments	(SED)	Naye 5
003	Sédiments	(SED)	EM2
004	Sédiments	(SED)	EM3
005	Sédiments	(SED)	EM4
006	Sédiments	(SED)	ROU

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Préparation Physico-Chimique

XXS06 : Séchage à 40°C	*	-	*	-	*	-	*	-
LSA07 : Matière sèche	% P.B.	* 54.5	* 71.5	* 48.9	* 57.9	* 60.3	* 64.8	
XXS07 : Refus Pondéral à 2 mm	% P.B.	* 27.7	* 18.1	* 25.7	* 21.4	* 15.4	* 15.6	
LKX80 : Mise en solution KCl		-	-	-	-	-	-	

Mesures physiques

LS918 : Masse volumique sur échantillon brut	g/cm³	1.62	1.88	1.61	1.72	1.66	1.70
LS901 : Matières organiques à 500°C (= MVS Mat. Volatiles)	% MS	5.3	0.8	6.9	5.6	3.7	3.4
LS995 : Perte au feu à 550°C	% MS	7.33	2.98	7.48	6.52	5.99	4.58
LS4WH : Pourcentage cumulé 0.02 à 2 µm	%	* 4.97	* 1.99	* 5.25	* 4.12	* 3.40	* 2.90
LS4P2 : Pourcentage cumulé 0.02 à 20 µm	%	* 39.42	* 16.51	* 44.67	* 37.84	* 27.59	* 24.17
LSQK3 : Pourcentage cumulé 0.02 à 63 µm	%	* 68.11	* 27.56	* 79.59	* 71.91	* 52.52	* 48.96
LS3PB : Pourcentage cumulé 0.02 à 200 µm	%	* 88.60	* 52.91	* 95.75	* 94.00	* 85.07	* 88.87
LS9AT : Pourcentage cumulé 0.02 à 2000 µm	%	* 100.00	* 100.00	* 100.00	* 100.00	* 100.00	* 100.00
LS9AS : Fraction 2 - 20 µm	%	* 34.45	* 14.52	* 39.42	* 33.72	* 24.19	* 21.26
LSSKU : Fraction 20 - 63 µm	%	* 28.69	* 11.06	* 34.92	* 34.06	* 24.94	* 24.80
LS9AV : Fraction 63 - 200 µm	%	* 20.50	* 25.34	* 16.15	* 22.09	* 32.55	* 39.91
LS3PC : Fraction 200 - 2000 µm	%	* 11.40	* 47.10	* 4.25	* 6.00	* 14.93	* 11.13

Analyses immédiates

LSL4H : pH H2O

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Analyses immédiates

LSL4H : pH H2O	001	002	003	004	005	006
pH extrait à l'eau	8.8	8.9	8.7	8.9	8.7	8.7
Température de mesure du pH °C	22	22	22	22	22	22

Indices de pollution

LS904 : Mise en solution (Lixiviation 1 heure) - L/S = 10	001	002	003	004	005	006
LS1MF : Orthophosphate soluble (PO4-P) mg/kg M.S.	<20.0	<20.0	<20.0	<20.0	<20.0	<20.0
LS916 : Azote Kjeldahl (NTK) g/kg M.S.	* 1.3	* <0.5	* 1.6	* 1.2	* 1.4	* 0.8
LS914 : Rapport COT/NTK	7.19	<10.4	10.4	8.96	6.78	8.69
LS897 : Chrome (VI) soluble mg/kg M.S.	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
LS1Z8 : Ammonium extrait au KCL (NH4) mg NH4/kg M.S.	82.2	35.4	<20.0	42.6	45.6	<20.0
LSSKM : Carbone organique total (COT) par combustion sèche (Sédiments) mg/kg M.S.	* 9570	* 5190	* 16900	* 11100	* 9430	* 7120

Métaux

XXS01 : Minéralisation eau régale - Bloc chauffant	001	002	003	004	005	006
LS862 : Aluminium (Al) mg/kg M.S.	* 8730	* 6190	* 14900	* 14000	* 10400	* 9590
LS865 : Arsenic (As) mg/kg M.S.	* 10.9	* 4.93	* 14.6	* 16.1	* 5.89	* 6.71
LS869 : Bore (B) mg/kg M.S.	* 39.8	* 22.1	* 49.9	* 32.2	* 29.9	* 20.9
LS870 : Cadmium (Cd) mg/kg M.S.	* <0.40	* <0.40	* <0.46	* 0.47	* <0.40	* <0.40
LS871 : Calcium (Ca) mg/kg M.S.	150000	124000	152000	99100	118000	111000
LS872 : Chrome (Cr) mg/kg M.S.	* 19.9	* 14.1	* 33.1	* 33.6	* 23.3	* 23.7

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Métaux

LS873 : Cobalt (Co)	mg/kg M.S.	5.37	4.09	8.89	9.66	5.84	6.06
LS874 : Cuivre (Cu)	mg/kg M.S.	* 13.4	* 13.2	* 45.5	* 40.8	* 23.9	* 20.6
LS876 : Fer (Fe)	mg/kg M.S.	* 12300	* 8980	* 24900	* 25000	* 14200	* 14500
LS878 : Magnésium (Mg)	mg/kg M.S.	8730	6720	11900	10100	8570	8040
LS879 : Manganèse (Mn)	mg/kg M.S.	* 142	* 122	* 178	* 191	* 145	* 163
LS880 : Molybdène (Mo)	mg/kg M.S.	* 1.15	* <1.00	* 3.03	* 3.08	* 1.57	* 1.08
LS881 : Nickel (Ni)	mg/kg M.S.	* 11.5	* 8.45	* 20.1	* 22.6	* 13.7	* 13.9
LS882 : Phosphore (P)	mg/kg M.S.	* 542	* 406	* 948	* 779	* 598	* 599
LS883 : Plomb (Pb)	mg/kg M.S.	* 15.1	* 9.18	* 26.3	* 26.5	* 15.5	* 22.0
LS884 : Potassium (K)	mg/kg M.S.	5040	3590	7460	7100	5780	5100
LS894 : Zinc (Zn)	mg/kg M.S.	* 48.9	* 31.3	* 93.8	* 92.5	* 52.9	* 61.2
LSA09 : Mercure (Hg)	mg/kg M.S.	* 0.25	* <0.10	* 0.39	* <0.10	* <0.10	* <0.10
LS931 : Cadmium (Cd)	mg/kg M.S.	* <0.10	* <0.10	* 0.29	* 0.34	* 0.10	* 0.20
LS934 : Chrome (Cr)	mg/kg M.S.	* 20.7	* 15.9	* 39.9	* 37.8	* 26.0	* 25.0
LSA6C : Oxyde de calcium (CaO)	mg/kg M.S.	210000	174000	213000	139000	165000	155000
LSA69 : Oxyde de magnésium (MgO)	mg/kg M.S.	14500	11100	19800	16700	14200	13300
LSA6A : Oxyde de potassium (K2O)	mg/kg M.S.	6070	4320	8980	8550	6960	6140
LSA6B : Phosphore total (P2O5)	mg/kg M.S.	1240	931	2170	1780	1370	1370
LSA4H : Somme Cr, Cu, Ni, Zn	mg/kg M.S.	93.7	67.1	193	190	114	119

Hydrocarbures totaux

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Hydrocarbures totaux
LS919 : **Hydrocarbures totaux (4 tranches)****(C10-C40)**

	001	002	003	004	005	006
Indice Hydrocarbures (C10-C40)	mg/kg M.S. * 110	* 70.8	* 111	* 128	* 145	* 106
HCT (nC10 - nC16) (Calcul)	mg/kg M.S. 16.7	17.7	13.9	15.1	17.4	20.6
HCT (>nC16 - nC22) (Calcul)	mg/kg M.S. 12.6	10.3	20.5	27.5	39.2	19.5
HCT (>nC22 - nC30) (Calcul)	mg/kg M.S. 22.6	13.4	39.8	40.8	45.5	28.3
HCT (>nC30 - nC40) (Calcul)	mg/kg M.S. 58.1	29.4	37.0	44.6	42.6	37.2

Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)
LSA33 : **Hydrocarbures Aromatiques****Polycycliques (16 HAPs)**

	001	002	003	004	005	006
Naphtalène	mg/kg M.S. * 0.0025	* <0.0021	* 0.0074	* 0.0087	* 0.0099	* 0.0064
Acénaphthylène	mg/kg M.S. * <0.0022	* 0.0068	* 0.0043	* 0.004	* 0.0039	* 0.0073
Acénaphthène	mg/kg M.S. * 0.0072	* 0.0057	* 0.01	* 0.019	* 0.0063	* 0.013
Fluorène	mg/kg M.S. * 0.0071	* 0.0084	* 0.0061	* 0.01	* 0.006	* 0.0095
Phénanthrène	mg/kg M.S. * 0.029	* 0.073	* 0.035	* 0.079	* 0.025	* 0.093
Anthracène	mg/kg M.S. * 0.016	* 0.028	* 0.017	* 0.029	* 0.0062	* 0.042
Fluoranthène	mg/kg M.S. * 0.044	* 0.075	* 0.059	* 0.12	* 0.055	* 0.2
Pyrène	mg/kg M.S. * 0.03	* 0.052	* 0.046	* 0.087	* 0.043	* 0.16
Benzo(a)-anthracène	mg/kg M.S. * 0.025	* 0.037	* 0.04	* 0.076	* 0.036	* 0.13
Chrysène	mg/kg M.S. * 0.025	* 0.035	* 0.045	* 0.086	* 0.039	* 0.13
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg M.S. * 0.039	* 0.043	* 0.086	* 0.19	* 0.062	* 0.22
Benzo(k)fluoranthène	mg/kg M.S. * 0.021	* 0.02	* 0.052	* 0.05	* 0.037	* 0.12
Benzo(a)pyrène	mg/kg M.S. * 0.028	* 0.038	* 0.06	* 0.1	* 0.045	* 0.18
Dibenzo(a,h)anthracène	mg/kg M.S. * 0.0087	* 0.01	* 0.021	* 0.043	* 0.0082	* 0.053

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)
LSA33 : Hydrocarbures Aromatiques
Polycycliques (16 HAPs)

Benzo(ghi)Pérylène	mg/kg M.S.	*	0.023	*	0.025	*	0.055	*	0.08	*	0.033	*	0.11
Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	mg/kg M.S.	*	0.017	*	0.021	*	0.044	*	0.078	*	0.043	*	0.1
Somme des HAP	mg/kg M.S.		0.32		0.48		0.59		1.1		0.46		1.6

LSA39 : Hydrocarbures Aromatiques
Polycycliques (3)

Fluoranthène	mg/kg M.S.	*	0.044	*	0.075	*	0.059	*	0.12	*	0.055	*	0.2
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg M.S.	*	0.039	*	0.043	*	0.086	*	0.19	*	0.062	*	0.22
Benzo(a)pyrène	mg/kg M.S.	*	0.028	*	0.038	*	0.06	*	0.1	*	0.045	*	0.18

Polychlorobiphényles (PCBs)
LSA42 : PCB congénères réglementaires (7)

PCB 28	mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
PCB 52	mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
PCB 101	mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
PCB 118	mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
PCB 138	mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	0.0019	*	<0.001	*	<0.001
PCB 153	mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	0.0018	*	<0.001	*	<0.001
PCB 180	mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
SOMME PCB (7)	mg/kg M.S.		0.0035		0.0035		0.0035		0.0062		0.0035		0.0035

LS3U7 : PCB 28

mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
------------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------

LS3UB : PCB 52

mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
------------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------

LS3U8 : PCB 101

mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
------------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------

LS3U6 : PCB 118

mg/kg M.S.	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001	*	<0.001
------------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------	---	--------

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Polychlorobiphényles (PCBs)

LS3U9 : PCB 138	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* 0.0019	* <0.001	* <0.001
LS3UA : PCB 153	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* 0.0018	* <0.001	* <0.001
LS3UC : PCB 180	mg/kg M.S.	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001	* <0.001
LSFEH : Somme PCB (7)	mg/kg M.S.	0.004	0.004	0.004	0.006	0.004	0.004

Composés Volatils

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

Organoétains

LS2GK : Dibutylétain cation-Sn (DBT)	µg Sn/kg M.S.	* <2.0	* 6.2	* 14	* 20	* 6.0	* 9.1
LS2GL : Tributylétain cation-Sn (TBT)	µg Sn/kg M.S.	* 11	* 42	* 17	* 31	* 11	* 16
LS2IJ : Tétrabutylétain -Sn (TeBT)	µg Sn/kg M.S.	<10	<10	<10	<10	<10	<10
LS2IK : Monobutylétain cation-Sn (MBT)	µg Sn/kg M.S.	* <2.0	* 4.6	* 14	* 15	* 5.2	* 11
LS2IL : Triphénylétain cation-Sn (TPHT)	µg Sn/kg M.S.	* <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0
LS2IM : MonoOctyletain cation-Sn (MOT)	µg Sn/kg M.S.	* <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0	* <2.0

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Organoétains

LS2IN : DiOctyletain cation-Sn (DOT)	µg Sn/kg M.S.	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0
LS2IP : Tricyclohexyletain cation-Sn (TcHexT)	µg Sn/kg M.S.	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0	*	<2.0

Lixiviation

LSA36 : Lixiviation 1x24 heures							
Lixiviation 1x24 heures		Fait	Fait	Fait	Fait	Fait	
Refus pondéral à 4 mm	% P.B.	13.3	11.7	0.7	11.3	7.7	5.8
XXS4D : Pesée échantillon lixiviation							
Volume	ml	950	950	950	950	950	950
Masse	g	95.3	95.4	101.0	95.6	96.1	94.8

Analyses immédiates sur éluat

LSQ13 : Mesure du pH sur éluat							
pH (Potentiel d'Hydrogène)		8.2	9.6	8.4	8.5	8.4	8.6
Température de mesure du pH	°C	22	22	20	20	20	21
LSQ02 : Conductivité à 25°C sur éluat							
Conductivité corrigée automatiquement à 25°C	µS/cm	5570	1950	6280	4680	4150	2780
Température de mesure de la conductivité	°C	22.2	21.8	19.8	20.2	19.7	21.1
LSM46 : Résidu sec à 105°C (Fraction soluble) sur éluat							
Résidus secs à 105 °C	mg/kg M.S.	32700	12500	36600	27600	25300	17000
Résidus secs à 105°C (calcul)	% MS	3.3	1.3	3.7	2.8	2.5	1.7

Indices de pollution sur éluat

LSM68 : Carbone Organique par oxydation (COT) sur éluat	mg/kg M.S.	330	250	330	140	160	140
----------------------------------------------------------------	------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Indices de pollution sur éluat

LS04Y : Chlorures sur éluat	mg/kg M.S.	16700	5060	18700	13700	12300	7990
LSN71 : Fluorures sur éluat	mg/kg M.S.	8.22	5.43	10.8	8.07	8.22	7.06
LS04Z : Sulfate (SO4) sur éluat	mg/kg M.S.	2610	950	2790	2230	1730	1450
LSM90 : Indice phénol sur éluat	mg/kg M.S.	<0.51	<0.50	<0.50	<0.50	<0.51	<0.51

Métaux sur éluat

LSM04 : Arsenic (As) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20	<0.20	<0.20	<0.20	<0.20	<0.20
LSM05 : Baryum (Ba) sur éluat	mg/kg M.S.	0.37	0.19	0.21	0.21	0.17	0.16
LSM11 : Chrome (Cr) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
LSM13 : Cuivre (Cu) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20	0.41	0.28	0.23	0.21	0.23
LSM19 : Molybdène (Mo) sur éluat	mg/kg M.S.	0.41	0.14	1.09	1.19	0.67	0.51
LSM20 : Nickel (Ni) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
LSM22 : Plomb (Pb) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
LSM35 : Zinc (Zn) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20	0.26	<0.20	<0.20	<0.20	<0.20
LS04W : Mercure (Hg) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.001	<0.001	0.002	<0.001	0.004	<0.001
LSM97 : Antimoine (Sb) sur éluat	mg/kg M.S.	0.015	0.015	0.027	0.025	0.022	0.018
LSN05 : Cadmium (Cd) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
LSN41 : Sélénium (Se) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.01	0.016	0.013	0.018	<0.01	<0.01

Sous-traitance | Eurofins Analyses Matériaux et Combustibles FR SAS
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec

Passant à 9 mm	%	96	89	96	99	97	100
----------------	---	----	----	----	----	----	-----

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Sous-traitance | Eurofins Analyses Matériaux et Combustibles FR SAS
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec

Méthode		Lavage & tamisage voie sèche	Lavage & tamisage voie sèche	Tamisage par voie sèche	Lavage & tamisage voie sèche	Lavage & tamisage voie sèche	Lavage & tamisage voie sèche
Passant à 125 mm	%	100	100	100	100	100	100
Passant à 100 mm	%	100	100	100	100	100	100
Passant à 80 mm	%	100	100	100	100	100	100
Passant à 63 mm	%	100	100	100	100	100	100
Passant à 50 mm	%	100	100	100	100	100	100
Passant à 40 mm	%	100	100	100	100	100	100
Passant à 31,5 mm	%	100	100	100	100	100	100
Passant à 25 mm	%	100	97	100	100	100	100
Passant à 20 mm	%			100	100	100	100
Passant à 14 mm	%	97	92	100	100	99	100
Passant à 10 mm	%				100	97	
Passant à 2 mm	%	93	79	38	95	94	98
Passant à 1 mm	%	90	72	28	90	90	92
Passant à 400 µm	%	83	60	20	84	84	82
Passant à 80 µm	%	38	20	11	58	46	40

Sous-traitance | Eurofins Ecotoxicologie France
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli

Bactéries coliformes	NPP/10 g	<100	<100	<100	<100	<100
Escherichia coli	NPP/10 g	<100	<100	<100	<100	<100

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

N° Echantillon	001	002	003	004	005	006
Référence client :	Naye 4	Naye 5	EM2	EM3	EM4	ROU
Matrice :	SED	SED	SED	SED	SED	SED
Date de prélèvement :						
Date de début d'analyse :	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020	02/06/2020
Température de l'air de l'enceinte :	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C	5.1°C

Sous-traitance | Eurofins Ecotoxicologie France

Y005 : Test sur embryon de bivalve - Huitres	g/kg M.S.	cf rapport	cf rapport				
Y00A : Entérocoques microplaque	NPP/g	<56	<56	<56	<56	<56	<56

D : détecté / ND : non détecté

z2 ou (2) : zone de contrôle des supports

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocan

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122

Observations	N° Ech	Réf client
Date de prélèvement non communiquée	(001) (002) (003) (004) (005) (006)	Naye 4 / Naye 5 / EM2 / EM3 / EM4 / ROU /
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'Arrêté du 27 octobre 2011, la valeur retenue pour le calcul de la somme Somme des BTEX pour le(s) paramètre(s) Toluène, o-Xylène, m+p-Xylène est LQ labo/2	(001) (002) (003) (004) (005) (006)	Naye 4 / Naye 5 / EM2 / EM3 / EM4 / ROU /
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'Arrêté du 27 octobre 2011, la valeur retenue pour le calcul de la somme Somme des HAP pour le(s) paramètre(s) Naphtalène est LQ labo/2	(002)	Naye 5
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'Arrêté du 27 octobre 2011, la valeur retenue pour le calcul de la somme SOMME PCB (7) pour le(s) paramètre(s) PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153, PCB 180, PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153, PCB 180 est LQ labo/2	(001) (002) (003) (005) (006)	Naye 4 / Naye 5 / EM2 / EM4 / ROU /
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'Arrêté du 27 octobre 2011, la valeur retenue pour le calcul de la somme SOMME PCB (7) pour le(s) paramètre(s) PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 180, PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 180 est LQ labo/2	(004)	EM3
La date de prélèvement n'étant pas renseignée conformément aux exigences normatives et réglementaires, les délais de mise en analyse ont été calculés à partir de la date et heure de réception par le laboratoire.	(001) (002) (003) (004) (005) (006)	Naye 4 / Naye 5 / EM2 / EM3 / EM4 / ROU /
Lixiviation : La nature de l'échantillon rend la filtration difficile. Certains résultats sont susceptibles d'être sur-estimés	(002)	Naye 5
Rapport d'analyse n°20G004947-001 version 1 du 12/06/2020.	(001)	Naye 4
Rapport d'analyse n°20G004947-002 version 1 du 12/06/2020.	(002)	Naye 5

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E077841

Version du : 20/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème serie

Référence Commande : 20/122


Gilles Lacroix

Coordinateur Projets Clients

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 19 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *.

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

L'information relative au seuil de détection d'un paramètre n'est pas couverte par l'accréditation Cofrac.

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

Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande.

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

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

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

Laboratoire agréé par le ministre chargé des installations classées conformément à l'arrêté du 11 Mars 2010. Mention des types d'analyses pour lesquels l'agrément a été délivré sur : www.eurofins.fr ou disponible sur demande.

Le résultat d'une somme de paramètres est soumis à une méthodologie spécifique développée par notre laboratoire. Celle-ci peut dépendre de la LQ réglementaire du ou des paramètres sommés. Pour les matrices Eaux résiduaires, Eaux douces et Sédiments, elle est définie au sein de l'avis en vigueur de l'Arrêté du 27 octobre 2011, portant les modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau. Pour la matrice d'Eau de Consommation, elle est définie selon l'Arrêté du 11 janvier 2019 modifiant l'arrêté du 5 juillet 2016 relatif aux conditions d'agrément des laboratoires pour la réalisation des prélèvements et des analyses du contrôle sanitaire des eaux et l'arrêté du 19 octobre 2017 relatif aux méthodes d'analyse utilisées dans le cadre du contrôle sanitaire des eaux. Pour plus d'informations, n'hésitez pas à contacter votre chargé d'affaires ou votre coordinateur de projet client.

Annexe technique
Dossier N° : 20E077841

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-587659

Nom projet :

Référence commande : 20/122

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
EM00M	Analyse granulométrique par tamisage à sec Passant à 9 mm Méthode Passant à 125 mm Passant à 100 mm Passant à 80 mm Passant à 63 mm Passant à 50 mm Passant à 40 mm Passant à 31,5 mm Passant à 25 mm Passant à 20 mm Passant à 14 mm Passant à 10 mm Passant à 2 mm Passant à 1 mm Passant à 400 µm Passant à 80 µm	Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056	0.1	% % % % % % % % % % % % % % % %	Prestation soustraite à Eurofins Analyses Des Matériaux Et Combustibles Fr
IY005	Test sur embryon de bivalve - Huitres	Technique - NF ISO 17244		g/kg M.S.	Prestation soustraite à EUROFINS ECOTOXICOLOGIE FRANCE
IY00A	Entérocoques microplaque	Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1	56	NPP/g	
IY240	Bactéries coliformes et E. coli Bactéries coliformes Escherichia coli	Culture sur film [Colilert - Méthode NPP] - Méthode interne	10 10	NPP/10 g NPP/10 g	
LKX80	Mise en solution KCl	Technique -			Eurofins Analyse pour l'Environnement France
LS04W	Mercure (Hg) sur éluat	ICP/MS - NF EN ISO 17294-2 - NF EN 16192	0.001	mg/kg M.S.	
LS04Y	Chlorures sur éluat	Spectrophotométrie (UV/VIS) [Spectrométrie visible automatisée] - NF EN 16192 - NF ISO 15923-1	10	mg/kg M.S.	
LS04Z	Sulfate (SO4) sur éluat		50	mg/kg M.S.	
LS01K	Somme des BTEX	Calcul - Calcul		mg/kg M.S.	
LS0XU	Benzène	HS - GC/MS [Extraction méthanolique] - NF EN ISO 22155 (sol) Méthode interne (boue,séd)	0.1	mg/kg M.S.	
LS0XW	Ethylbenzène		0.2	mg/kg M.S.	
LS0Y4	Toluène		0.2	mg/kg M.S.	
LS0Y5	m+p-Xylène		0.2	mg/kg M.S.	
LS0Y6	o-Xylène		0.2	mg/kg M.S.	
LS1MF	Orthophosphate soluble (PO4-P)		Spectrophotométrie (UV/VIS) - NF ISO 15923-1	20	mg/kg M.S.

Annexe technique

Dossier N° : 20E077841

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-587659

Nom projet :

Référence commande : 20/122

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LS1Z8	Ammonium extrait au KCL (NH4)	Titrimétrie [Distillation] - Méthode interne selon NFT 90-015-1	20	mg NH4/kg M.S.	
LS2GK	Dibutylétain cation-Sn (DBT)	GC/MS/MS [Dérivation, extraction Solide/Liquide] - XP T 90-250	2	µg Sn/kg M.S.	
LS2GL	Tributylétain cation-Sn (TBT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IJ	Tétrabutylétain -Sn (TeBT)		10	µg Sn/kg M.S.	
LS2IK	Monobutylétain cation-Sn (MBT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IL	Triphénylétain cation-Sn (TPHT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IM	MonoOctylétain cation-Sn (MOT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IN	DiOctylétain cation-Sn (DOT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IP	Tricyclohexylétain cation-Sn (TcHexT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS3PB	Pourcentage cumulé 0.02 à 200 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%	
LS3PC	Fraction 200 - 2000 µm		0	%	
LS3U6	PCB 118	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN 16167 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)	0.001	mg/kg M.S.	
LS3U7	PCB 28		0.001	mg/kg M.S.	
LS3U8	PCB 101		0.001	mg/kg M.S.	
LS3U9	PCB 138		0.001	mg/kg M.S.	
LS3UA	PCB 153		0.001	mg/kg M.S.	
LS3UB	PCB 52		0.001	mg/kg M.S.	
LS3UC	PCB 180		0.001	mg/kg M.S.	
LS4P2	Pourcentage cumulé 0.02 à 20 µm		Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%
LS4WH	Pourcentage cumulé 0.02 à 2 µm	0		%	
LS862	Aluminium (Al)	ICP/AES [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN ISO 11885 - NF EN 13346 Méthode B - Décembre 2000 (Norme abrog)	5	mg/kg M.S.	
LS865	Arsenic (As)		1	mg/kg M.S.	
LS869	Bore (B)		5	mg/kg M.S.	
LS870	Cadmium (Cd)		0.4	mg/kg M.S.	
LS871	Calcium (Ca)		50	mg/kg M.S.	
LS872	Chrome (Cr)		5	mg/kg M.S.	
LS873	Cobalt (Co)		1	mg/kg M.S.	
LS874	Cuivre (Cu)		5	mg/kg M.S.	
LS876	Fer (Fe)		5	mg/kg M.S.	
LS878	Magnésium (Mg)		5	mg/kg M.S.	
LS879	Manganèse (Mn)		1	mg/kg M.S.	
LS880	Molybdène (Mo)		1	mg/kg M.S.	
LS881	Nickel (Ni)		1	mg/kg M.S.	
LS882	Phosphore (P)		1	mg/kg M.S.	
LS883	Plomb (Pb)		5	mg/kg M.S.	
LS884	Potassium (K)		20	mg/kg M.S.	
LS894	Zinc (Zn)		5	mg/kg M.S.	

Annexe technique
Dossier N° : 20E077841

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-587659

Nom projet :

Référence commande : 20/122

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LS897	Chrome (VI) soluble	Spectrophotométrie (UV/VIS) - Méthode interne selon NF T 90-043	0.5	mg/kg M.S.	
LS901	Matières organiques à 500°C (= MVS Mat. Volatiles)	Combustion - adaptée de XP P 94-047	0.1	% MS	
LS904	Mise en solution (Lixiviation 1 heure) - L/S = 10	Lixiviation - Méthode interne			
LS914	Rapport COT/NTK	Calcul - Calcul			
LS916	Azote Kjeldahl (NTK)	Volumétrie [Minéralisation] - NF EN 13342 - Méthode interne (Sols)	0.5	g/kg M.S.	
LS918	Masse volumique sur échantillon brut	Gravimétrie - Méthode interne		g/cm³	
LS919	Hydrocarbures totaux (4 tranches) (C10-C40) Indice Hydrocarbures (C10-C40) HCT (nC10 - nC16) (Calcul) HCT (>nC16 - nC22) (Calcul) HCT (>nC22 - nC30) (Calcul) HCT (>nC30 - nC40) (Calcul)	GC/FID [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN ISO 16703 (Sols) - NF EN 14039 (Boue, Sédiments)	15	mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LS931	Cadmium (Cd)	ICP/MS [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN ISO 17294-2 - NF EN 13346 Méthode B - Décembre 2000 (Norme abrog)	0.1	mg/kg M.S.	
LS934	Chrome (Cr)		0.1	mg/kg M.S.	
LS995	Perte au feu à 550°C	Gravimétrie - NF EN 12879 (annulée)	0.1	% MS	
LS9AS	Fraction 2 - 20 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%	
LS9AT	Pourcentage cumulé 0.02 à 2000 µm		0	%	
LS9AV	Fraction 63 - 200 µm		0	%	
LSA07	Matière sèche	Gravimétrie - NF EN 12880	0.1	% P.B.	
LSA09	Mercure (Hg)	SFA / vapeurs froides (CV-AAS) [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN 13346 Méthode B - Décembre 2000 (Norme abrog - NF ISO 16772 (Sol) - Méthode interne (Hors Sols)	0.1	mg/kg M.S.	
LSA33	Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (16 HAPs) Naphtalène Acénaphthylène Acénaphthène Fluorène Phénanthrène Anthracène Fluoranthène Pyrène Benzo-(a)-anthracène Chrysène Benzo(b)fluoranthène Benzo(k)fluoranthène	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF ISO 18287 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)	0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002 0.002	mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S.	

Annexe technique

Dossier N° : 20E077841

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-587659

Nom projet :

Référence commande : 20/122

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
	Benzo(a)pyrène		0.002	mg/kg M.S.	
	Dibenzo(a,h)anthracène		0.002	mg/kg M.S.	
	Benzo(ghi)Pérylène		0.002	mg/kg M.S.	
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène		0.002	mg/kg M.S.	
	Somme des HAP			mg/kg M.S.	
LSA36	Lixiviation 1x24 heures Lixiviation 1x24 heures Refus pondéral à 4 mm	Lixiviation [Ratio L/S = 10 l/kg - Broyage par concasseur à mâchoires] - NF EN 12457-2	0.1	% P.B.	
LSA39	Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (3) Fluoranthène Benzo(b)fluoranthène Benzo(a)pyrène	GC/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF ISO 18287 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)	0.002 0.002 0.002	mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LSA42	PCB congénères réglementaires (7) PCB 28 PCB 52 PCB 101 PCB 118 PCB 138 PCB 153 PCB 180 SOMME PCB (7)	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN 16167 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)	0.001 0.001 0.001 0.001 0.001 0.001 0.001	mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S. mg/kg M.S.	
LSA4H	Somme Cr, Cu, Ni, Zn	Calcul - Calcul		mg/kg M.S.	
LSA69	Oxyde de magnésium (MgO)			mg/kg M.S.	
LSA6A	Oxyde de potassium (K2O)			mg/kg M.S.	
LSA6B	Phosphore total (P2O5)			mg/kg M.S.	
LSA6C	Oxyde de calcium (CaO)			mg/kg M.S.	
LSFEH	Somme PCB (7)			mg/kg M.S.	
LSL4H	pH H2O pH extrait à l'eau Température de mesure du pH	Potentiométrie - Ad. NF ISO 10390 (SED) NF EN 12176 (abrogée,BOU)		°C	
LSM04	Arsenic (As) sur éluat	ICP/AES - NF EN ISO 11885 - NF EN 16192	0.2	mg/kg M.S.	
LSM05	Baryum (Ba) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM11	Chrome (Cr) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM13	Cuivre (Cu) sur éluat		0.2	mg/kg M.S.	
LSM19	Molybdène (Mo) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM20	Nickel (Ni) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM22	Plomb (Pb) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM35	Zinc (Zn) sur éluat		0.2	mg/kg M.S.	

Annexe technique

Dossier N° : 20E077841

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-587659

Nom projet :

Référence commande : 20/122

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LSM46	Résidu sec à 105°C (Fraction soluble) sur éluat Résidus secs à 105 °C Résidus secs à 105°C (calcul)	Gravimétrie - NF T 90-029 - NF EN 16192	2000 0.2	mg/kg M.S. % MS	
LSM68	Carbone Organique par oxydation (COT) sur éluat	Spectrophotométrie (IR) [Oxydation à chaud en milieu acide] - NF EN 16192 - NF EN 1484 (Sols) - Méthode interne (Hors Sols)	50	mg/kg M.S.	
LSM90	Indice phénol sur éluat	Flux continu - NF EN ISO 14402 (adaptée sur sédiment,boue) - NF EN 16192	0.5	mg/kg M.S.	
LSM97	Antimoine (Sb) sur éluat	ICP/MS - NF EN ISO 17294-2 - NF EN 16192	0.002	mg/kg M.S.	
LSN05	Cadmium (Cd) sur éluat		0.002	mg/kg M.S.	
LSN41	Sélénium (Se) sur éluat		0.01	mg/kg M.S.	
LSN71	Fluorures sur éluat	Electrométrie [Potentiometrie] - NF T 90-004 (adaptée sur sédiment,boue) - NF EN 16192	5	mg/kg M.S.	
LSQ02	Conductivité à 25°C sur éluat Conductivité corrigée automatiquement à 25°C Température de mesure de la conductivité	Potentiométrie [Méthode à la sonde] - NF EN 27888 - NF EN 16192		µS/cm °C	
LSQ13	Mesure du pH sur éluat pH (Potentiel d'Hydrogène) Température de mesure du pH	Potentiométrie - NF EN ISO 10523 - NF EN 16192		°C	
LSQK3	Pourcentage cumulé 0.02 à 63 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%	
LSSKM	Carbone organique total (COT) par combustion sèche (Sédiments)	Combustion [sèche] - NF EN 15936 - Méthode B	1000	mg/kg M.S.	
LSSKU	Fraction 20 - 63 µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne	0	%	
XXS01	Minéralisation eau régale - Bloc chauffant	Digestion acide -			
XXS06	Séchage à 40°C	Séchage [Le laboratoire travaillera sur la fraction <à 2mm de l'échantillon sauf demande explicite du client] -			
XXS07	Refus Pondéral à 2 mm	Tamassage [Le laboratoire travaillera sur la fraction <à 2mm de l'échantillon sauf demande explicite du client] -	1	% P.B.	
XXS4D	Pesée échantillon lixiviation Volume Masse	Gravimétrie -		ml g	

Annexe de traçabilité des échantillons

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

Dossier N° : 20E077841

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-123245-01

Emetteur :

Commande EOL : 006-10514-587659

Nom projet : N° Projet : 190450

Référence commande : 20/122

creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo Naye et Bas sablons 2ème
serie

Sédiments

N° Ech	Référence Client	Date & Heure Prélèvement	Date de Réception Physique (1)	Date de Réception Technique (2)	Code-Barre	Nom Flacon
001	Naye 4		30/05/2020	02/06/2020		
002	Naye 5		30/05/2020	02/06/2020		
003	EM2		02/06/2020	02/06/2020		
004	EM3		30/05/2020	02/06/2020		
005	EM4		30/05/2020	02/06/2020		
006	ROU		30/05/2020	02/06/2020		

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

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

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

Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e077841-001 (SED) - Average

Opérateur :

FPEP

Date de l'analyse :

mercredi 10 juin 2020 16:07:30

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

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

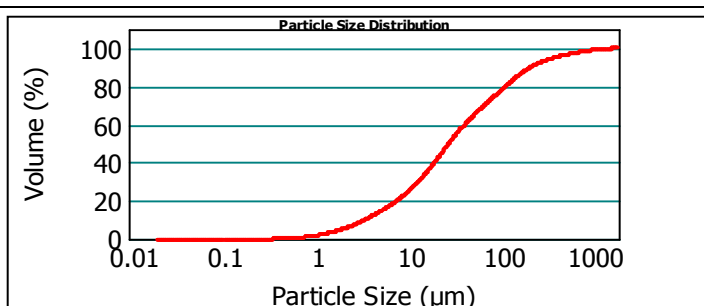
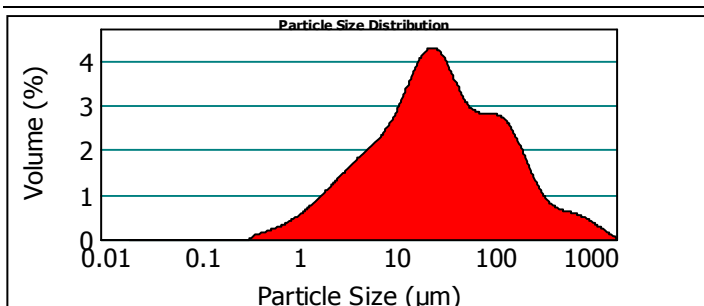
0.672 m²/g 93.577 μm 29.274 μm 35392.274 μm² 188.128 μm 3.196 μm 25.825 μm

*** Pourcentages cumulés :**

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 4.97%
 Percentage between 0.02 μm and 20.00 μm : 39.42%
 Percentage between 0.02 μm and 63.00 μm : 68.10%
 Percentage between 0.02 μm and 200.00 μm : 88.60%
 Percentage between 0.02 μm and 2000.00 μm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 4.97%
 Percentage between 2.00 μm and 20.00 μm : 34.45%
 Percentage between 20.00 μm and 50.00 μm : 23.98%
 Percentage between 50.00 μm and 200.00 μm : 25.21%
 Percentage between 20.00 μm and 63.00 μm : 28.69%
 Percentage between 63.00 μm and 200.00 μm : 20.50%
 Percentage between 200.00 μm and 2000.00 μm : 11.40%



■ 20e077841-001 (SED) - Average

mercredi 10 juin 2020 16:07:30

Size (μm)	Volume In %
0.020	
1.000	1.64
2.000	3.33
2.500	1.67
4.000	4.56
8.000	9.14

Size (μm)	Volume In %
8.000	
10.000	3.67
15.000	8.19
16.000	1.52
20.000	5.69
30.000	11.26

Size (μm)	Volume In %
30.000	
40.000	7.57
50.000	5.15
63.000	4.71
100.000	8.61
150.000	7.34

Size (μm)	Volume In %
150.000	
200.000	4.55
250.000	2.79
300.000	1.75
400.000	1.97
500.000	1.11

Size (μm)	Volume In %
500.000	
600.000	0.79
800.000	1.12
900.000	0.41
1000.000	0.33
1500.000	0.89

Size (μm)	Volume In %
1500.000	
2000.000	0.23

Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00
1.000	1.64
2.000	4.97
2.500	6.64
4.000	11.20

Size (μm)	Vol Under %
8.000	20.34
10.000	24.01
15.000	32.20
16.000	33.73
20.000	39.42

Size (μm)	Vol Under %
30.000	50.68
40.000	58.25
50.000	63.40
63.000	68.10
100.000	76.72

Size (μm)	Vol Under %
150.000	84.06
200.000	88.60
250.000	91.40
300.000	93.15
400.000	95.12

Size (μm)	Vol Under %
500.000	96.24
600.000	97.02
800.000	98.14
900.000	98.55
1000.000	98.88

Size (μm)	Vol Under %
1500.000	99.77
2000.000	100.00

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000

Durée d'analyse : 2 X 30 secondes

Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU
0.020 μm à 2000 μm

Indice de réfraction : 1.33

Logiciel : Malvern Application 5.60

Liquide : Water 800 mL

Modèle optique : Fraunhofer

Obscurisation : 11.06 %

Vitesse de la pompe : 3000 rpm

- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-011289-01

Version du : 11/06/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G004918

Date de réception : 04/06/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200097087

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
001	Sédiments	20E077841-001 / Naye 4 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G004918-001** | Version AR-20-IY-011289-01(11/06/2020) | Votre réf. 20E077841-001 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	3.9°C	Date de réception	04/06/2020 09:44
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	04/06/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>	<56	NPP/g



Tony Paris
Chef de Service

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**

***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

20E077841-001

Rapport d'analyses n° 20G004947-001 version 1 du 12/06/2020

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 14 pages.

SOMMAIRE

I. OBJET DU RAPPORT	3
II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	3
III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	3
IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	3
IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	3
IV.2 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u> <u>GIGAS</u> , NF ISO 17244 - 2015).....	4
IV.2.1 Préparation des solutions.....	4
IV.2.2 Obtention des gamètes	4
IV.2.3 Réalisation des fécondations.....	5
IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.....	5
IV.2.5 Obtention des résultats	5
V. RESULTATS	6
VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	7

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS

Adresse : 5, rue d'Otterswiller – F – 67700 Saverne

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 4 juin 2020 suivant commande n° EUFRSA2-00097087 du 2 juin 2020 de Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé 20E077841-001 de siccité égale à 50 %.

Nom complet : 20E077841-001 PSV : Naye 4.

Date de prélèvement : NC.

Date de réception : 04/06/2020.

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 20G004947-001.

III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 08-09/06/2020.

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (9160) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : “ concentration sans effet observé ” ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : “ concentration minimale avec effet observé ” ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

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

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

IV.2 Test de toxicité sur le développement embryon-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

IV.2.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 09/06/2020.

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 gMS/L (grammes de Matière Sèche par litre) et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 gMS/L qui est remplacée par 5,0 gMS/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le Cu^{2+} , sous forme de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

IV.2.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1 mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

IV.2.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 μ L pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

IV.2.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀: modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CMEO : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

V. RESULTATS

NB : La date de prélèvement n'étant pas communiquée, nous ne pouvons garantir le respect des délais de stabilité/normatifs de mise en analyse et les résultats d'analyse peuvent donner lieu à des réserves.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 10/06/2020.

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,8	8,3	8,0	7,9
Salinité ‰	Méthode interne	31,6	3,4	26,7	32,0
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100	>100

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 11/06/2020.

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,9	8,1	8,0
Salinité ‰	Méthode interne	32,6	27,3	33,1
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100

Valeurs des descripteurs toxicologiques :

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	20E077841-001 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE₅₀	>10 gMS/L
			CSEO	10 gMS/L
			CME0	>10 gMS/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «20E077841-001»
 Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% (si calculable).

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 3,3 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 85,8 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 $\mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} :
 $\text{CE50 Cu}^{2+} = 8,3 \mu\text{g/L}$ (intervalle de confiance compris entre 7,9 et 8,7 $\mu\text{g/L}$;
cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 12/06/2020.

Eloïse Renouf, Ingénieur projet Ecotoxicologie marine.



ANNEXE 1 :

Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ ,6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ , 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ , 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ ,5H ₂ O	0,015
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	92	8	8.0%
3	89	11	11.0%
4	87	13	13.0%
5	81	19	19.0%
6	84	16	16.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 gMS/L	85	15	15.0%	1.0%
	86	14	14.0%	-0.2%
	82	18	18.0%	4.5%
<i>Moyenne</i>	<i>84.3</i>	<i>15.7</i>	<i>15.7%</i>	<i>1.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 gMS/L	83	17	17.0%	3.3%
	82	18	18.0%	4.5%
	84	16	16.0%	2.1%
<i>Moyenne</i>	<i>83.0</i>	<i>17.0</i>	<i>17.0%</i>	<i>3.3%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 gMS/L	86	14	14.0%	-0.2%
	89	11	11.0%	-3.7%
	84	16	16.0%	2.1%
<i>Moyenne</i>	<i>86.3</i>	<i>13.7</i>	<i>13.7%</i>	<i>-0.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 gMS/L	82	18	18.0%	4.5%
	87	13	13.0%	-1.4%
	85	15	15.0%	1.0%
<i>Moyenne</i>	<i>84.7</i>	<i>15.3</i>	<i>15.3%</i>	<i>1.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 gMS/L	82	18	18.0%	4.5%
	86	14	14.0%	-0.2%
	87	13	13.0%	-1.4%
<i>Moyenne</i>	<i>85.0</i>	<i>15.0</i>	<i>15.0%</i>	<i>1.0%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

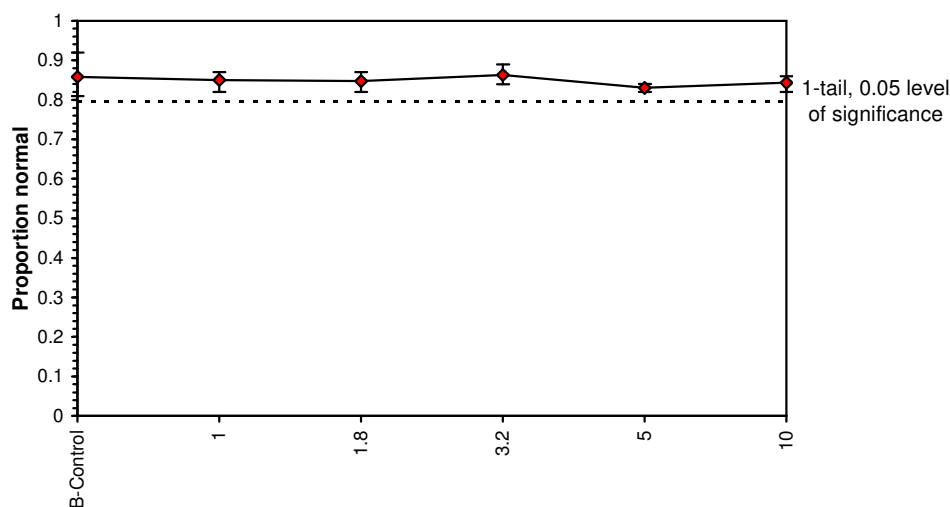
Start Date: 10/06/2020	Test ID: 4947-001	Sample ID: 20E077841-001
End Date: 11/06/2020	Lab ID:	Sample Type:
Sample Date:	Protocol: -NF ISO 17244-2015	Test Species: CG-Crassostrea gigas
Comments:		

Conc-gMS/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.9200	0.8900	0.8700	0.8100	0.8400
1	0.8200	0.8600	0.8700			
1.8	0.8200	0.8700	0.8500			
3.2	0.8600	0.8900	0.8400			
5	0.8300	0.8200	0.8400			
10	0.8500	0.8600	0.8200			

Conc-gMS/L	Mean	N-Mean	Transform: Arcsin Square Root					1-Tailed		
			Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD
B-Control	0.8583	1.0000	1.1884	1.1198	1.2840	5.317	6			
1	0.8500	0.9903	1.1740	1.1326	1.2019	3.111	3	0.458	2.602	0.0820
1.8	0.8467	0.9864	1.1692	1.1326	1.2019	2.977	3	0.609	2.602	0.0820
3.2	0.8633	1.0058	1.1931	1.1593	1.2327	3.107	3	-0.149	2.602	0.0820
5	0.8300	0.9670	1.1459	1.1326	1.1593	1.162	3	1.349	2.602	0.0820
10	0.8433	0.9825	1.1643	1.1326	1.1873	2.435	3	0.764	2.602	0.0820

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.97233	0.873	0.37285	0.50968						
Bartlett's Test indicates equal variances ($p = 0.44$)	4.81215	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	10	>10			0.06134	0.07126	0.00101	0.00198	0.76583	5, 15

Dose-Response Plot



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	92	8	8.0%
3	89	11	11.0%
4	87	13	13.0%
5	81	19	19.0%
6	84	16	16.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Témoins positifs (Cu2+)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
18µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10µg/L	25	75	75.0%	70.9%
	25	75	75.0%	70.9%
	24	76	76.0%	72.0%
<i>Moyenne</i>	<i>24.7</i>	<i>75.3</i>	<i>75.3%</i>	<i>71.3%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5.6µg/L	71	29	29.0%	17.3%
	80	20	20.0%	6.8%
	70	30	30.0%	18.4%
<i>Moyenne</i>	<i>73.7</i>	<i>26.3</i>	<i>26.3%</i>	<i>14.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2µg/L	80	20	20.0%	6.8%
	81	19	19.0%	5.6%
	81	19	19.0%	5.6%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>6.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8µg/L	83	17	17.0%	3.3%
	82	18	18.0%	4.5%
	86	14	14.0%	-0.2%
<i>Moyenne</i>	<i>83.7</i>	<i>16.3</i>	<i>16.3%</i>	<i>2.5%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

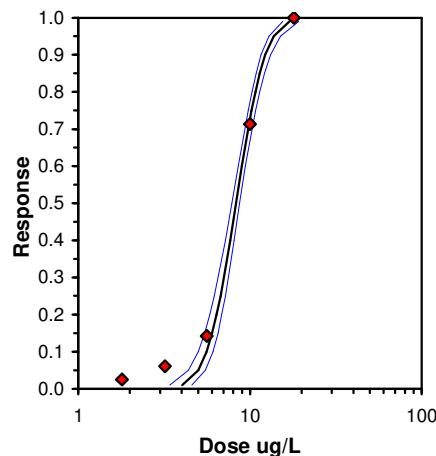
Start Date:	10/06/2020	Test ID:	Cu2+	Sample ID:	
End Date:	11/06/2020	Lab ID:		Sample Type:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas
Comments:					

Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.9200	0.8900	0.8700	0.8100	0.8400
1.8	0.8300	0.8200	0.8600			
3.2	0.8000	0.8100	0.8100			
5.6	0.7100	0.8000	0.7000			
10	0.2500	0.2500	0.2400			
18	0.0000	0.0000	0.0000			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							1-Tailed			Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD		
B-Control	0.8583	1.0000	1.1884	1.1198	1.2840	5.317	6				85	600
1.8	0.8367	0.9748	1.1553	1.1326	1.1873	2.469	3	1.116	2.655	0.0788	49	300
3.2	0.8067	0.9398	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	2.453	2.655	0.0788	58	300
*5.6	0.7367	0.8583	1.0335	0.9912	1.1071	6.196	3	5.217	2.655	0.0788	79	300
*10	0.2467	0.2874	0.5197	0.5120	0.5236	1.292	3	22.516	2.655	0.0788	226	300
*18	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	38.332	2.655	0.0788	300	300
*32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	38.332	2.655	0.0788		

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.91017	0.884	0.76183	1.71688						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	3.2	5.6	4.2332		0.05884	0.06836	0.89213	0.00176	3.4E-18	6, 17

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	7.462	0.61277	6.26096	8.66303	0.14167	4.62083	7.81473	0.2	0.919	0.13401	8
Intercept	-1.8576	0.59792	-3.0295	-0.6857							
TSCR	0.16175	0.01061	0.14095	0.18256							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	4.04802	3.41187	4.59028							
EC05	3.355	4.99541	4.37341	5.51476							
EC10	3.718	5.58803	4.98908	6.08541							
EC15	3.964	6.02708	5.45039	6.50621							
EC20	4.158	6.40051	5.84518	6.86374							
EC25	4.326	6.73926	6.20449	7.18852							
EC40	4.747	7.67451	7.19567	8.09381							
EC50	5.000	8.29855	7.84872	8.71233							
EC60	5.253	8.97333	8.5386	9.40277							
EC75	5.674	10.2186	9.74995	10.7527							
EC80	5.842	10.7594	10.2511	11.3694							
EC85	6.036	11.4261	10.8519	12.1508							
EC90	6.282	12.3238	11.6383	13.2332							
EC95	6.645	13.7858	12.88	15.0524							
EC99	7.326	17.0122	15.5159	19.2423							



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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004903-01 Version du : 22/06/2020

Page 1/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
001	Sols	20E077841-001	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Matériaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004903-01 Version du : 22/06/2020

Page 2/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Echantillon **20Q002272-001**

Référence : 20E077841-001

Date de prélèvement :

Début d'analyse : 18/06/2020

Description échantillon : Naye 4 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 14 mm	97	%	
Passant à 9 mm	96	%	
Passant à 2 mm	93	%	
Passant à 1 mm	90	%	
Passant à 400 µm	83	%	
Passant à 80 µm	38	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches

P.B. : Produit Brut

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004903-01 Version du : 22/06/2020

Page 3/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

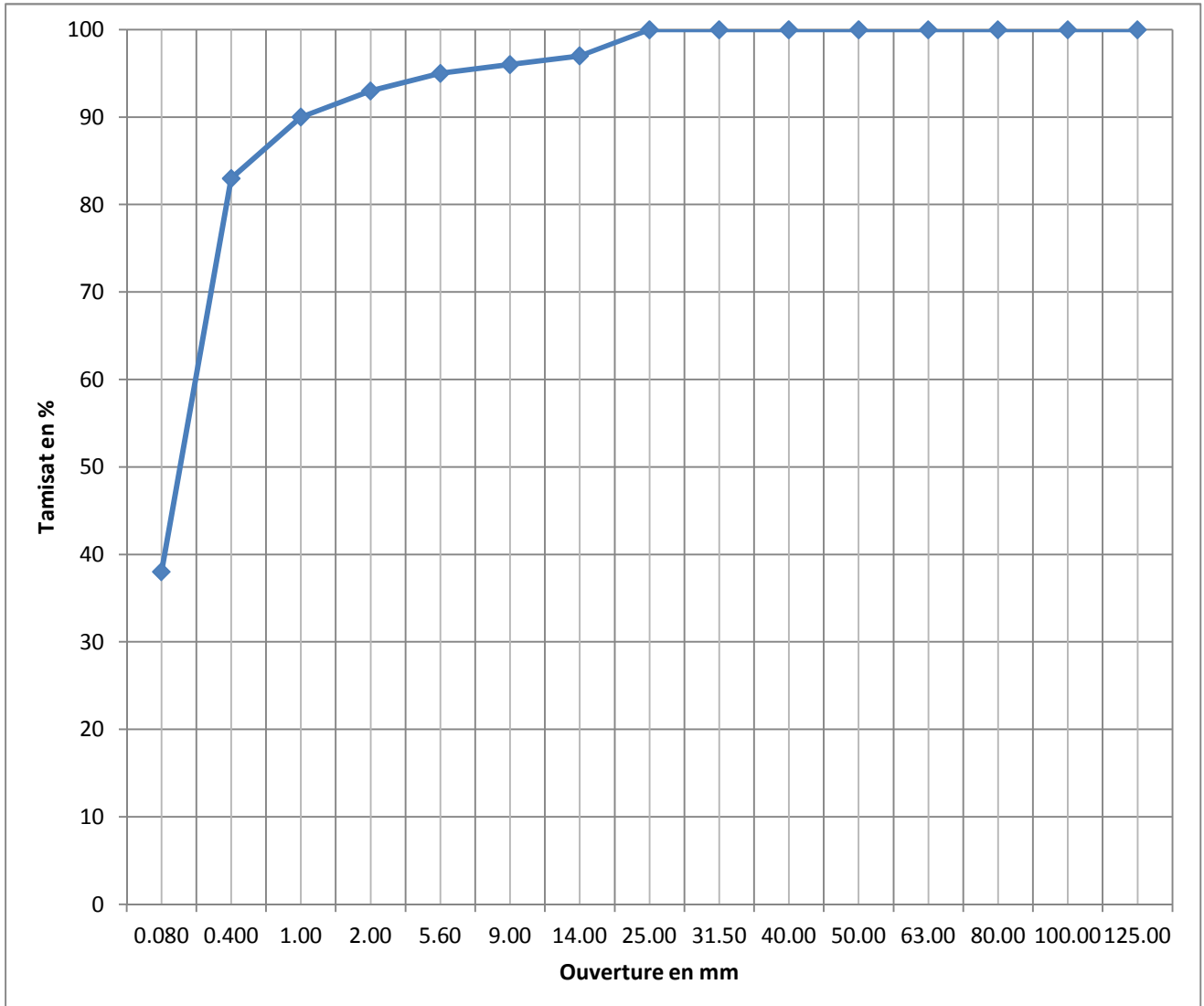
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086



Thomas Kauffmann
Technicien de Laboratoire

Page ANNEXE
20Q002272-001



Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e077841-002 (SED) - Average

Opérateur :

FPEP

Date de l'analyse :

mercredi 10 juin 2020 16:01:03

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

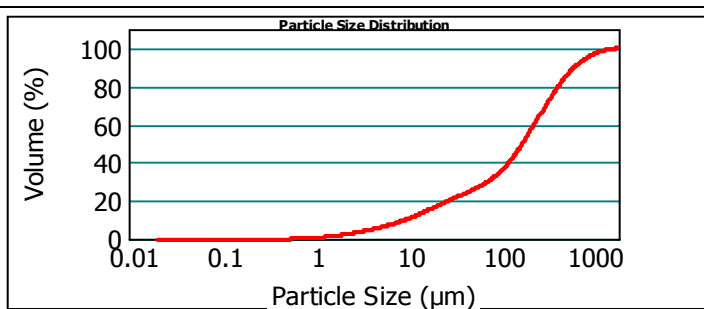
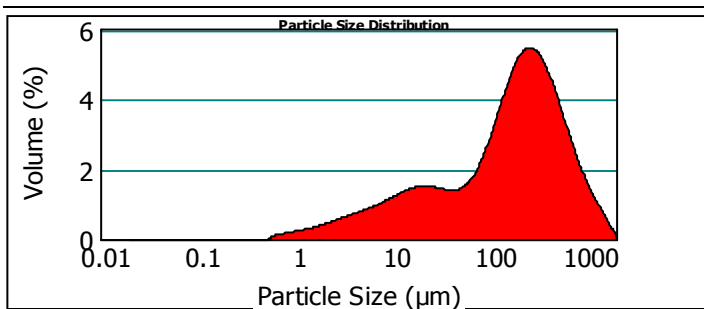
Surface spécifique : Moyenne : 273.464 μm Médiane : 183.393 μm Variance : 92342.725 μm^2 Ecart type : 303.879 μm Rapport moyenne/médiane : 1.491 μm Mode : 261.060 μm

* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 1.99%
 Percentage between 0.02 μm and 20.00 μm : 16.51%
 Percentage between 0.02 μm and 63.00 μm : 27.56%
 Percentage between 0.02 μm and 200.00 μm : 52.90%
 Percentage between 0.02 μm and 2000.00 μm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 1.99%
 Percentage between 2.00 μm and 20.00 μm : 14.52%
 Percentage between 20.00 μm and 50.00 μm : 8.72%
 Percentage between 50.00 μm and 200.00 μm : 27.68%
 Percentage between 20.00 μm and 63.00 μm : 11.06%
 Percentage between 63.00 μm and 200.00 μm : 25.34%
 Percentage between 200.00 μm and 2000.00 μm : 47.10%



■ 20e077841-002 (SED) - Average

mercredi 10 juin 2020 16:01:03

Size (μm)	Volume In %
0.020	0.57
1.000	1.41
2.000	0.69
2.500	1.91
4.000	3.99
8.000	

Size (μm)	Volume In %
8.000	1.64
10.000	3.50
15.000	0.61
16.000	2.18
20.000	3.98
30.000	

Size (μm)	Volume In %
30.000	2.68
40.000	2.06
50.000	2.33
63.000	6.63
100.000	9.61
150.000	

Size (μm)	Volume In %
150.000	9.10
200.000	7.87
250.000	6.54
300.000	9.73
400.000	6.51
500.000	

Size (μm)	Volume In %
500.000	4.44
600.000	5.33
800.000	1.64
900.000	1.23
1000.000	3.03
1500.000	

Size (μm)	Volume In %
1500.000	0.78
2000.000	

Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00
1.000	0.57
2.000	1.99
2.500	2.68
4.000	4.59

Size (μm)	Vol Under %
8.000	8.58
10.000	10.22
15.000	13.72
16.000	14.33
20.000	16.51

Size (μm)	Vol Under %
30.000	20.49
40.000	23.17
50.000	25.23
63.000	27.56
100.000	34.19

Size (μm)	Vol Under %
150.000	43.80
200.000	52.90
250.000	60.77
300.000	67.31
400.000	77.05

Size (μm)	Vol Under %
500.000	83.56
600.000	87.99
800.000	93.32
900.000	94.96
1000.000	96.19

Size (μm)	Vol Under %
1500.000	99.22
2000.000	100.00

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000

Durée d'analyse : 2 X 30 secondes

Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU
0.020 μm à 2000 μm

Indice de réfraction : 1.33

Logiciel : Malvern Application 5.60

Liquide : Water 800 mL

Modèle optique : Fraunhofer

Obscurisation : 9.49 %

Vitesse de la pompe : 3000 rpm

- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-011290-01

Version du : 11/06/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G004918

Date de réception : 04/06/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200097087

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
002	Sédiments	20E077841-002 / Naye 5 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G004918-002** | Version AR-20-IY-011290-01(11/06/2020) | Votre réf. 20E077841-002 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	3.9°C	Date de réception	04/06/2020 09:44
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	04/06/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>	<56	NPP/g



Tony Paris
Chef de Service

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**

***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

20E077841-002

Rapport d'analyses n° 20G004947-002 version 1 du 12/06/2020

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 14 pages.

SOMMAIRE

I. OBJET DU RAPPORT	3
II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	3
III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	3
IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	3
IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	3
IV.2 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u> <u>GIGAS</u> , NF ISO 17244 - 2015).....	4
IV.2.1 Préparation des solutions.....	4
IV.2.2 Obtention des gamètes	4
IV.2.3 Réalisation des fécondations.....	5
IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.....	5
IV.2.5 Obtention des résultats	5
V. RESULTATS	6
VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	7

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS

Adresse : 5, rue d'Otterswiller – F – 67700 Saverne

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 4 juin 2020 suivant commande n° EUFRSA2-00097087 du 2 juin 2020 de Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé 20E077841-002 de siccité égale à 70 %.

Nom complet : 20E077841-002 PSV : Naye 5.

Date de prélèvement : NC.

Date de réception : 04/06/2020.

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 20G004947-002.

III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 08-09/06/2020.

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (9160) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : “ concentration sans effet observé ” ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CME0 : “ concentration minimale avec effet observé ” ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

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

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

IV.2 Test de toxicité sur le développement embryon-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

IV.2.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 09/06/2020.

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 gMS/L (grammes de Matière Sèche par litre) et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 gMS/L qui est remplacée par 5,0 gMS/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le Cu^{2+} , sous forme de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

IV.2.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1 mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

IV.2.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 μ L pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

IV.2.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀: modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CME0 : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

V. RESULTATS

NB : La date de prélèvement n'étant pas communiquée, nous ne pouvons garantir le respect des délais de stabilité/normatifs de mise en analyse et les résultats d'analyse peuvent donner lieu à des réserves.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 10/06/2020.

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,8	8,5	8,0	7,9
Salinité ‰	Méthode interne	31,6	1,6	26,0	32,0
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100	>100

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 11/06/2020.

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,9	8,0	7,9
Salinité ‰	Méthode interne	32,6	27,4	33,1
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100

Valeurs des descripteurs toxicologiques :

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	20E077841-002 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE₅₀	>10 gMS/L
			CSEO	10 gMS/L
			CME0	>10 gMS/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «20E077841-002»
 Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% (si calculable).

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 1,0 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 85,8 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 $\mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} :
 $\text{CE50 Cu}^{2+} = 8,3 \mu\text{g/L}$ (intervalle de confiance compris entre 7,9 et 8,7 $\mu\text{g/L}$;
cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 12/06/2020.

Eloïse Renouf, Ingénieur projet Ecotoxicologie marine.



ANNEXE 1 :

Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ ,6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ , 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ , 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ ,5H ₂ O	0,015
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	92	8	8.0%
3	89	11	11.0%
4	87	13	13.0%
5	81	19	19.0%
6	84	16	16.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 gMS/L	87	13	13.0%	-1.4%
	85	15	15.0%	1.0%
	86	14	14.0%	-0.2%
<i>Moyenne</i>	<i>86.0</i>	<i>14.0</i>	<i>14.0%</i>	<i>-0.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 gMS/L	81	19	19.0%	5.6%
	86	14	14.0%	-0.2%
	88	12	12.0%	-2.5%
<i>Moyenne</i>	<i>85.0</i>	<i>15.0</i>	<i>15.0%</i>	<i>1.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 gMS/L	82	18	18.0%	4.5%
	83	17	17.0%	3.3%
	84	16	16.0%	2.1%
<i>Moyenne</i>	<i>83.0</i>	<i>17.0</i>	<i>17.0%</i>	<i>3.3%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 gMS/L	83	17	17.0%	3.3%
	85	15	15.0%	1.0%
	80	20	20.0%	6.8%
<i>Moyenne</i>	<i>82.7</i>	<i>17.3</i>	<i>17.3%</i>	<i>3.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 gMS/L	88	12	12.0%	-2.5%
	84	16	16.0%	2.1%
	82	18	18.0%	4.5%
<i>Moyenne</i>	<i>84.7</i>	<i>15.3</i>	<i>15.3%</i>	<i>1.4%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

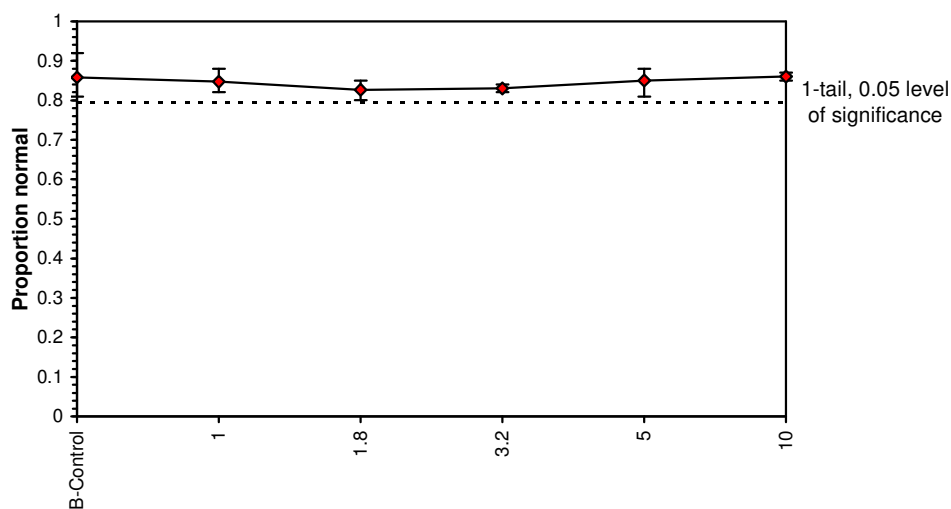
Start Date: 10/06/2020	Test ID: 4947-002	Sample ID: 20E077841-002
End Date: 11/06/2020	Lab ID:	Sample Type:
Sample Date:	Protocol: -NF ISO 17244-2015	Test Species: CG-Crassostrea gigas
Comments:		

Conc-gMS/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.9200	0.8900	0.8700	0.8100	0.8400
1	0.8800	0.8400	0.8200			
1.8	0.8300	0.8500	0.8000			
3.2	0.8200	0.8300	0.8400			
5	0.8100	0.8600	0.8800			
10	0.8700	0.8500	0.8600			

Conc-gMS/L	Mean	N-Mean	Transform: Arcsin Square Root					1-Tailed		
			Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD
B-Control	0.8583	1.0000	1.1884	1.1198	1.2840	5.317	6			
1	0.8467	0.9864	1.1697	1.1326	1.2171	3.689	3	0.577	2.602	0.0845
1.8	0.8267	0.9631	1.1420	1.1071	1.1731	2.902	3	1.429	2.602	0.0845
3.2	0.8300	0.9670	1.1459	1.1326	1.1593	1.162	3	1.309	2.602	0.0845
5	0.8500	0.9903	1.1747	1.1198	1.2171	4.244	3	0.422	2.602	0.0845
10	0.8600	1.0019	1.1874	1.1731	1.2019	1.214	3	0.029	2.602	0.0845

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.97497	0.873	0.3496	0.32711						
Bartlett's Test indicates equal variances ($p = 0.26$)	6.47805	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	10	>10			0.06336	0.07361	0.00142	0.00211	0.65096	5, 15

Dose-Response Plot



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	92	8	8.0%
3	89	11	11.0%
4	87	13	13.0%
5	81	19	19.0%
6	84	16	16.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Témoins positifs (Cu2+)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
18µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10µg/L	25	75	75.0%	70.9%
	25	75	75.0%	70.9%
	24	76	76.0%	72.0%
<i>Moyenne</i>	<i>24.7</i>	<i>75.3</i>	<i>75.3%</i>	<i>71.3%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5.6µg/L	71	29	29.0%	17.3%
	80	20	20.0%	6.8%
	70	30	30.0%	18.4%
<i>Moyenne</i>	<i>73.7</i>	<i>26.3</i>	<i>26.3%</i>	<i>14.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2µg/L	80	20	20.0%	6.8%
	81	19	19.0%	5.6%
	81	19	19.0%	5.6%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>6.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8µg/L	83	17	17.0%	3.3%
	82	18	18.0%	4.5%
	86	14	14.0%	-0.2%
<i>Moyenne</i>	<i>83.7</i>	<i>16.3</i>	<i>16.3%</i>	<i>2.5%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

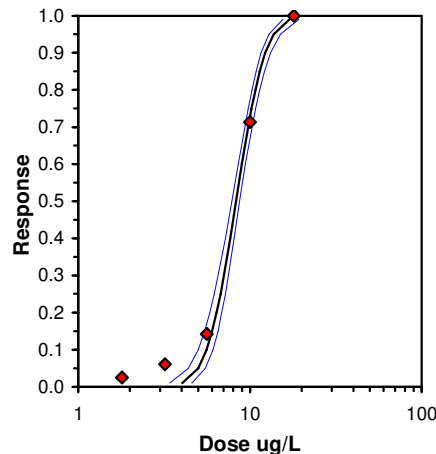
Start Date:	10/06/2020	Test ID:	Cu2+	Sample ID:	
End Date:	11/06/2020	Lab ID:		Sample Type:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas
Comments:					

Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.9200	0.8900	0.8700	0.8100	0.8400
1.8	0.8300	0.8200	0.8600			
3.2	0.8000	0.8100	0.8100			
5.6	0.7100	0.8000	0.7000			
10	0.2500	0.2500	0.2400			
18	0.0000	0.0000	0.0000			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							1-Tailed			Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD		
B-Control	0.8583	1.0000	1.1884	1.1198	1.2840	5.317	6				85	600
1.8	0.8367	0.9748	1.1553	1.1326	1.1873	2.469	3	1.116	2.655	0.0788	49	300
3.2	0.8067	0.9398	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	2.453	2.655	0.0788	58	300
*5.6	0.7367	0.8583	1.0335	0.9912	1.1071	6.196	3	5.217	2.655	0.0788	79	300
*10	0.2467	0.2874	0.5197	0.5120	0.5236	1.292	3	22.516	2.655	0.0788	226	300
*18	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	38.332	2.655	0.0788	300	300
*32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	38.332	2.655	0.0788		

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.91017	0.884	0.76183	1.71688						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	3.2	5.6	4.2332		0.05884	0.06836	0.89213	0.00176	3.4E-18	6, 17

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	7.462	0.61277	6.26096	8.66303	0.14167	4.62083	7.81473	0.2	0.919	0.13401	8
Intercept	-1.8576	0.59792	-3.0295	-0.6857							
TSCR	0.16175	0.01061	0.14095	0.18256							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	4.04802	3.41187	4.59028							
EC05	3.355	4.99541	4.37341	5.51476							
EC10	3.718	5.58803	4.98908	6.08541							
EC15	3.964	6.02708	5.45039	6.50621							
EC20	4.158	6.40051	5.84518	6.86374							
EC25	4.326	6.73926	6.20449	7.18852							
EC40	4.747	7.67451	7.19567	8.09381							
EC50	5.000	8.29855	7.84872	8.71233							
EC60	5.253	8.97333	8.5386	9.40277							
EC75	5.674	10.2186	9.74995	10.7527							
EC80	5.842	10.7594	10.2511	11.3694							
EC85	6.036	11.4261	10.8519	12.1508							
EC90	6.282	12.3238	11.6383	13.2332							
EC95	6.645	13.7858	12.88	15.0524							
EC99	7.326	17.0122	15.5159	19.2423							



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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004904-01 Version du : 22/06/2020

Page 1/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
002	Sols	20E077841-002	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Matériaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004904-01 Version du : 22/06/2020

Page 2/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Echantillon **20Q002272-002**

Référence : 20E077841-002

Date de prélèvement :

Début d'analyse : 22/06/2020

Description échantillon : Naye 5 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	97	%	
Passant à 14 mm	92	%	
Passant à 9 mm	89	%	
Passant à 2 mm	79	%	
Passant à 1 mm	72	%	
Passant à 400 µm	60	%	
Passant à 80 µm	20	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches

P.B. : Produit Brut

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004904-01 Version du : 22/06/2020

Page 3/3

Dossier N° : 20Q002272

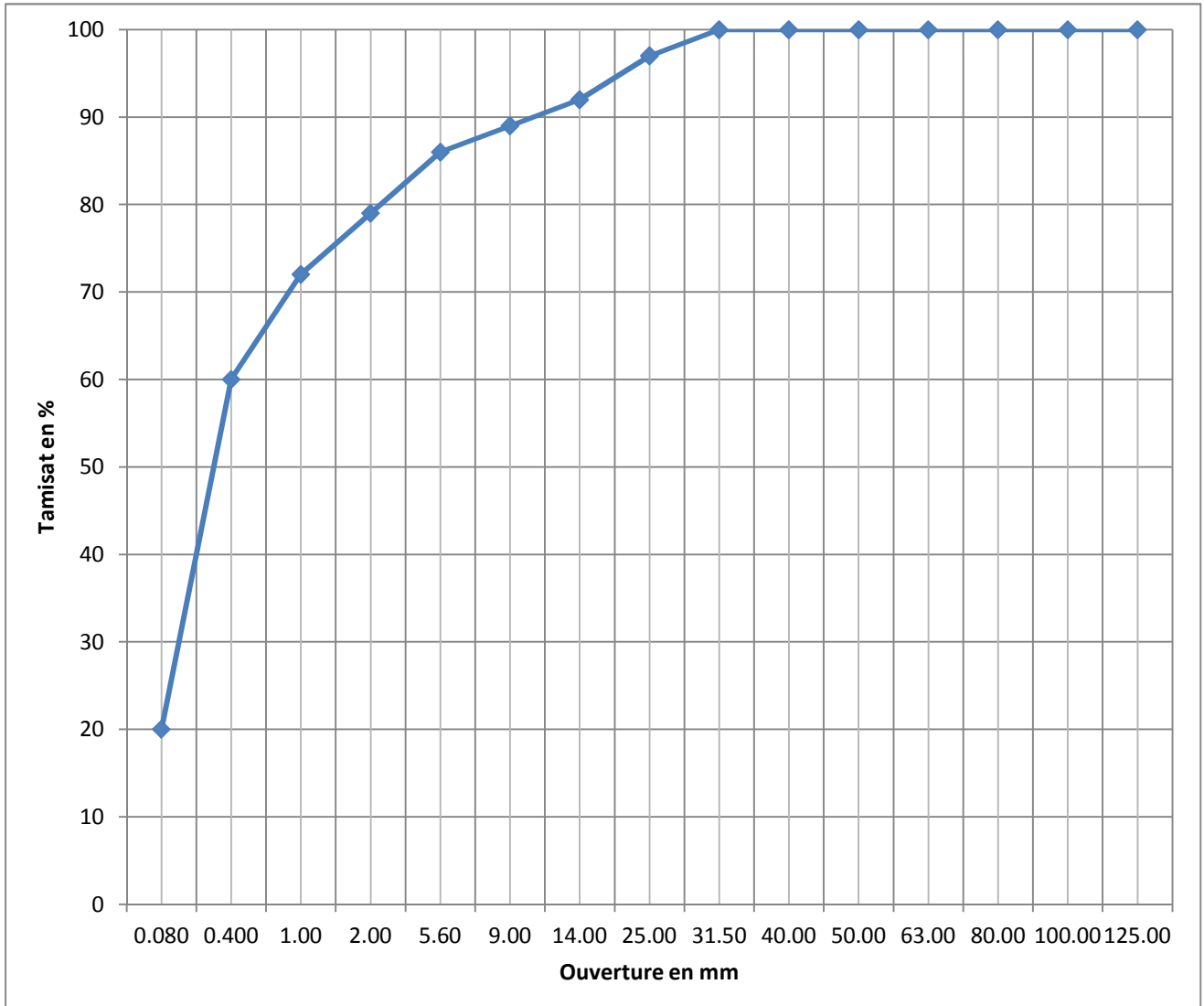
Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086



Thomas Kauffmann
Technicien de Laboratoire



Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable
prestation réalisée sur le site de SAVERNE

Référence de l'échantillon (Matrice) :
20e077841-003 (SED) - Average

Date de l'analyse :
jeudi 11 juin 2020 11:39:21

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488
Méthode interne T-PS-WO22915

Opérateur :
FPEP

Résultat de la source :
Moyenne de 2 mesures

Données statistique

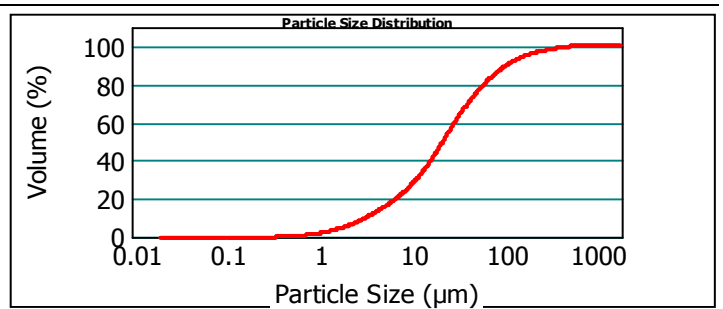
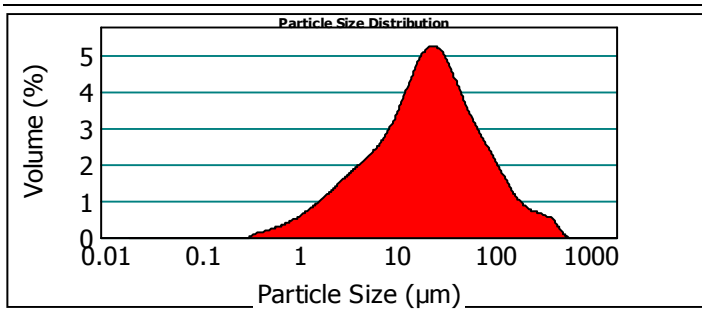
Surface spécifique : Moyenne : Médiane : Variance : Ecart type : Rapport moyenne/médiane : Mode :
0.73 m²/g 47.277 µm 23.455 µm 5056.293 µm² 71.107 µm 2.015 µm 26.152 µm

*** Pourcentages cumulés :**

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 5.25%
Percentage between 0.02 µm and 20.00 µm : 44.67%
Percentage between 0.02 µm and 63.00 µm : 79.59%
Percentage between 0.02 µm and 200.00 µm : 95.75%
Percentage between 0.02 µm and 2000.00 µm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 5.25%
Percentage between 2.00 µm and 20.00 µm : 39.42%
Percentage between 20.00 µm and 50.00 µm : 29.36%
Percentage between 50.00 µm and 200.00 µm : 21.71%
Percentage between 20.00 µm and 63.00 µm : 34.92%
Percentage between 63.00 µm and 200.00 µm : 16.15%
Percentage between 200.00 µm and 2000.00 µm : 4.25%



20e077841-003 (SED) - Average

jeudi 11 juin 2020 11:39:21

Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %
0.020	1.72	8.000	4.22	30.000	9.30	150.000	2.35	500.000	0.00	1500.000	0.00
1.000	3.53	10.000	9.73	40.000	6.30	200.000	1.30	600.000	0.00	2000.000	0.00
2.000	1.78	15.000	1.84	50.000	5.56	250.000	0.87	800.000	0.00		
2.500	4.89	16.000	6.90	63.000	8.64	300.000	1.18	900.000	0.00		
4.000	10.06	20.000	13.77	100.000	5.16	400.000	0.70	1000.000	0.00		
8.000		30.000		150.000		500.000		1500.000			

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	8.000	21.98	30.000	58.44	150.000	93.39	500.000	99.80	1500.000	100.00
1.000	1.72	10.000	26.20	40.000	67.74	200.000	95.75	600.000	100.00	2000.000	100.00
2.000	5.25	15.000	35.93	50.000	74.03	250.000	97.04	800.000	100.00		
2.500	7.02	16.000	37.77	63.000	79.59	300.000	97.91	900.000	100.00		
4.000	11.91	20.000	44.67	100.000	88.23	400.000	99.10	1000.000	100.00		

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000 **Durée d'analyse :** 2 X 30 secondes
Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU **Indice de réfraction :** 1.33
0.020 µm à 2000 µm
Liquide : Water 800 mL
Logiciel : Malvern Application 5.60 **Obscurisation :** 5.48 %
Modèle optique : Fraunhofer
Vitesse de la pompe : 3000 rpm *- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure*

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-011288-01

Version du : 11/06/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G004914

Date de réception : 04/06/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200097118

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
001	Sédiments	20E077841-003 / EM2 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G004914-001** | Version AR-20-IY-011288-01(11/06/2020) | Votre réf. 20E077841-003 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	3.9°C	Date de réception	04/06/2020 09:44
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	04/06/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>	<56	NPP/g



Tony Paris
Chef de Service

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-005177-01 Version du : 26/06/2020

Page 1/3

Dossier N° : 20Q002351

Date de réception : 08/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097117

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
001	Solides Divers	20E077841-003	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Matériaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-005177-01 Version du : 26/06/2020

Page 2/3

Dossier N° : 20Q002351

Date de réception : 08/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097117

N° Echantillon **20Q002351-001**

Référence : 20E077841-003

Date de prélèvement :

Début d'analyse : 22/06/2020

Description échantillon : EM2 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Tamisage par voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 20 mm	100	%	
Passant à 14 mm	100	%	
Passant à 9 mm	96	%	
Passant à 2 mm	38	%	
Passant à 1 mm	28	%	
Passant à 400 µm	20	%	
Passant à 80 µm	11	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches

P.B. : Produit Brut

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-005177-01 Version du : 26/06/2020

Page 3/3

Dossier N° : 20Q002351

Date de réception : 08/06/2020

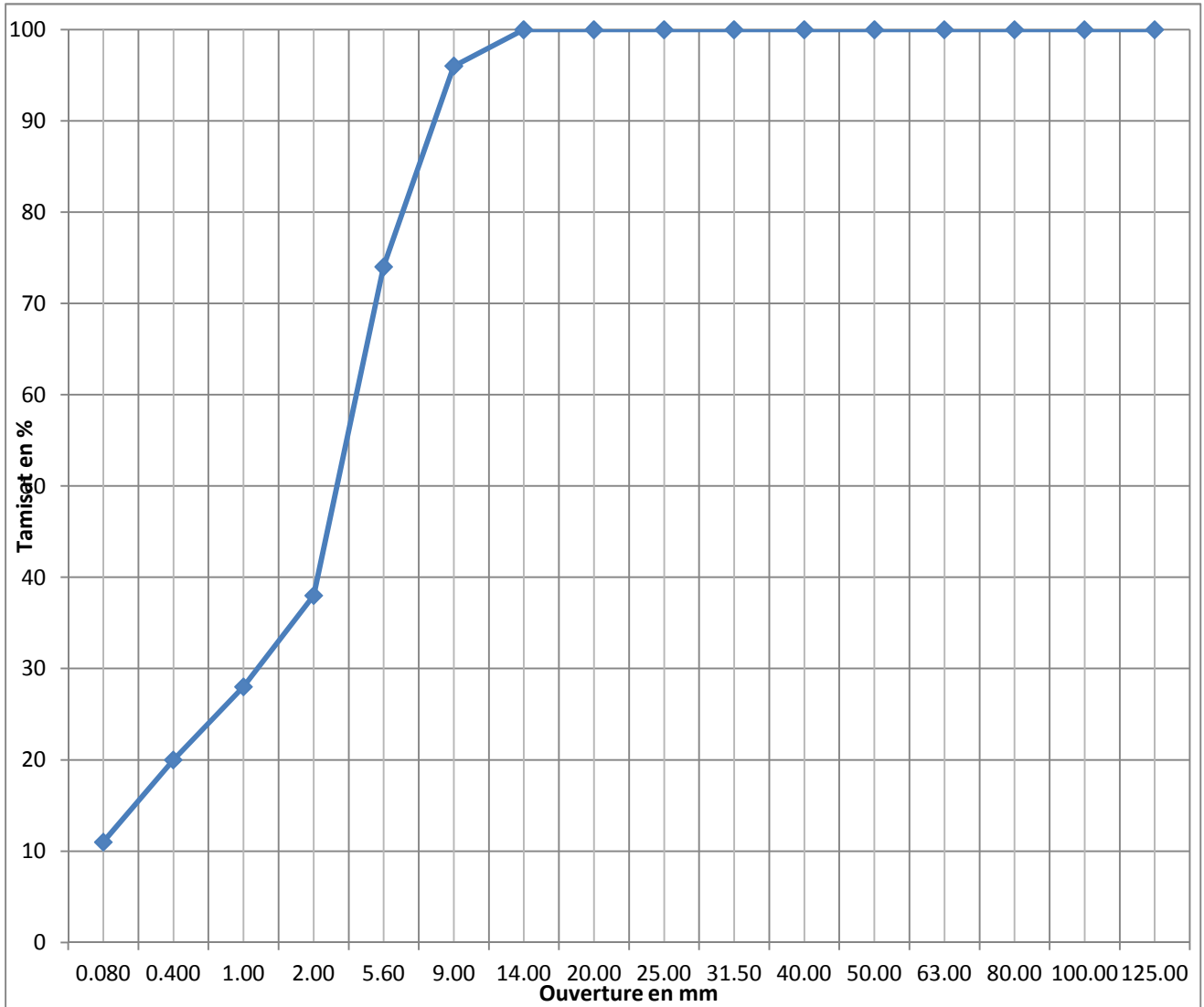
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097117



Dorothée Mangold
Chef de Groupe

Page ANNEXE
20Q002351-001



Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e077841-004 (SED) - Average

Opérateur :

FPEP

Date de l'analyse :

jeudi 11 juin 2020 11:33:23

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

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

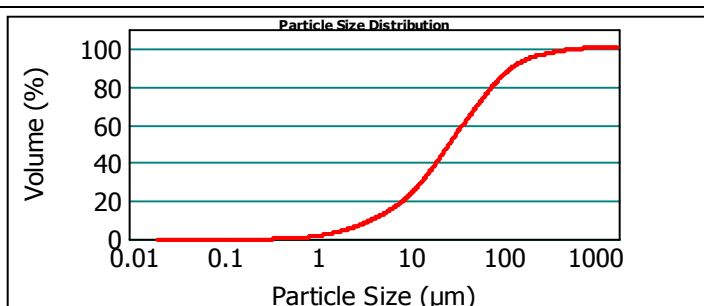
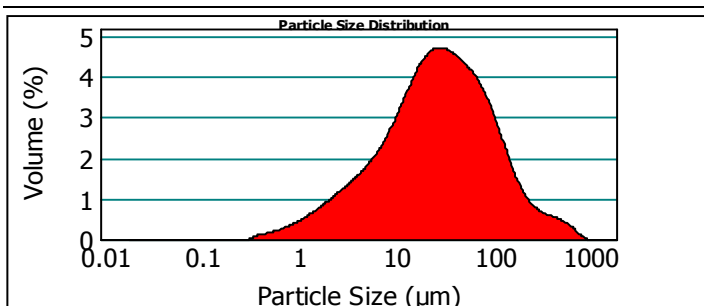
0.606 m²/g 62.166 μm 30.006 μm 9409.132 μm² 97 μm 2.071 μm 30.880 μm

*** Pourcentages cumulés :**

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 4.12%
 Percentage between 0.02 μm and 20.00 μm : 37.84%
 Percentage between 0.02 μm and 63.00 μm : 71.91%
 Percentage between 0.02 μm and 200.00 μm : 94.00%
 Percentage between 0.02 μm and 2000.00 μm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 4.12%
 Percentage between 2.00 μm and 20.00 μm : 33.72%
 Percentage between 20.00 μm and 50.00 μm : 27.55%
 Percentage between 50.00 μm and 200.00 μm : 28.60%
Percentage between 20.00 μm and 63.00 μm : 34.06%
Percentage between 63.00 μm and 200.00 μm : 22.09%
 Percentage between 200.00 μm and 2000.00 μm : 6.00%



■ 20e077841-004 (SED) - Average

jeudi 11 juin 2020 11:33:23

Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %
0.020	1.35	8.000	3.74	30.000	8.80	150.000	3.28	500.000	0.55	1500.000	0.00
1.000	2.77	10.000	8.67	40.000	6.60	200.000	1.69	600.000	0.57	2000.000	0.00
2.000	1.39	15.000	1.62	50.000	6.51	250.000	1.02	800.000	0.09		
2.500	3.84	16.000	6.04	63.000	11.51	300.000	1.25	900.000	0.02		
4.000	8.42	20.000	12.15	100.000	7.31	400.000	0.81	1000.000	0.00		
8.000		30.000		150.000		500.000		1500.000			

Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00	8.000	17.77	30.000	49.99	150.000	90.72	500.000	98.77	1500.000	100.00
1.000	1.35	10.000	21.52	40.000	58.79	200.000	94.00	600.000	99.32	2000.000	100.00
2.000	4.12	15.000	30.18	50.000	65.40	250.000	95.69	800.000	99.89		
2.500	5.51	16.000	31.80	63.000	71.91	300.000	96.71	900.000	99.98		
4.000	9.35	20.000	37.84	100.000	83.41	400.000	97.96	1000.000	100.00		

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000	Durée d'analyse : 2 X 30 secondes
Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU 0.020 μm à 2000 μm	Indice de réfraction : 1.33
Logiciel : Malvern Application 5.60	Liquide : Water 800 mL
Modèle optique : Fraunhofer	Obscurisation : 11.36 %
Vitesse de la pompe : 3000 rpm	<i>- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure</i>

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-011291-01

Version du : 11/06/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G004918

Date de réception : 04/06/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200097087

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
003	Sédiments	20E077841-004 / EM3 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G004918-003** | Version AR-20-IY-011291-01(11/06/2020) | Votre réf. 20E077841-004 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	3.9°C	Date de réception	04/06/2020 09:44
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	04/06/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>	<56	NPP/g



Tony Paris
Chef de Service

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004905-01 Version du : 22/06/2020

Page 1/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
003	Sols	20E077841-004	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Matériaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004905-01 Version du : 22/06/2020

Page 2/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Echantillon **20Q002272-003**

Référence : 20E077841-004

Date de prélèvement :

Début d'analyse : 22/06/2020

Description échantillon : EM3 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 20 mm	100	%	
Passant à 14 mm	100	%	
Passant à 10 mm	100	%	
Passant à 9 mm	99	%	
Passant à 2 mm	95	%	
Passant à 1 mm	90	%	
Passant à 400 µm	84	%	
Passant à 80 µm	58	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches
P.B. : Produit Brut

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004905-01 Version du : 22/06/2020

Page 3/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

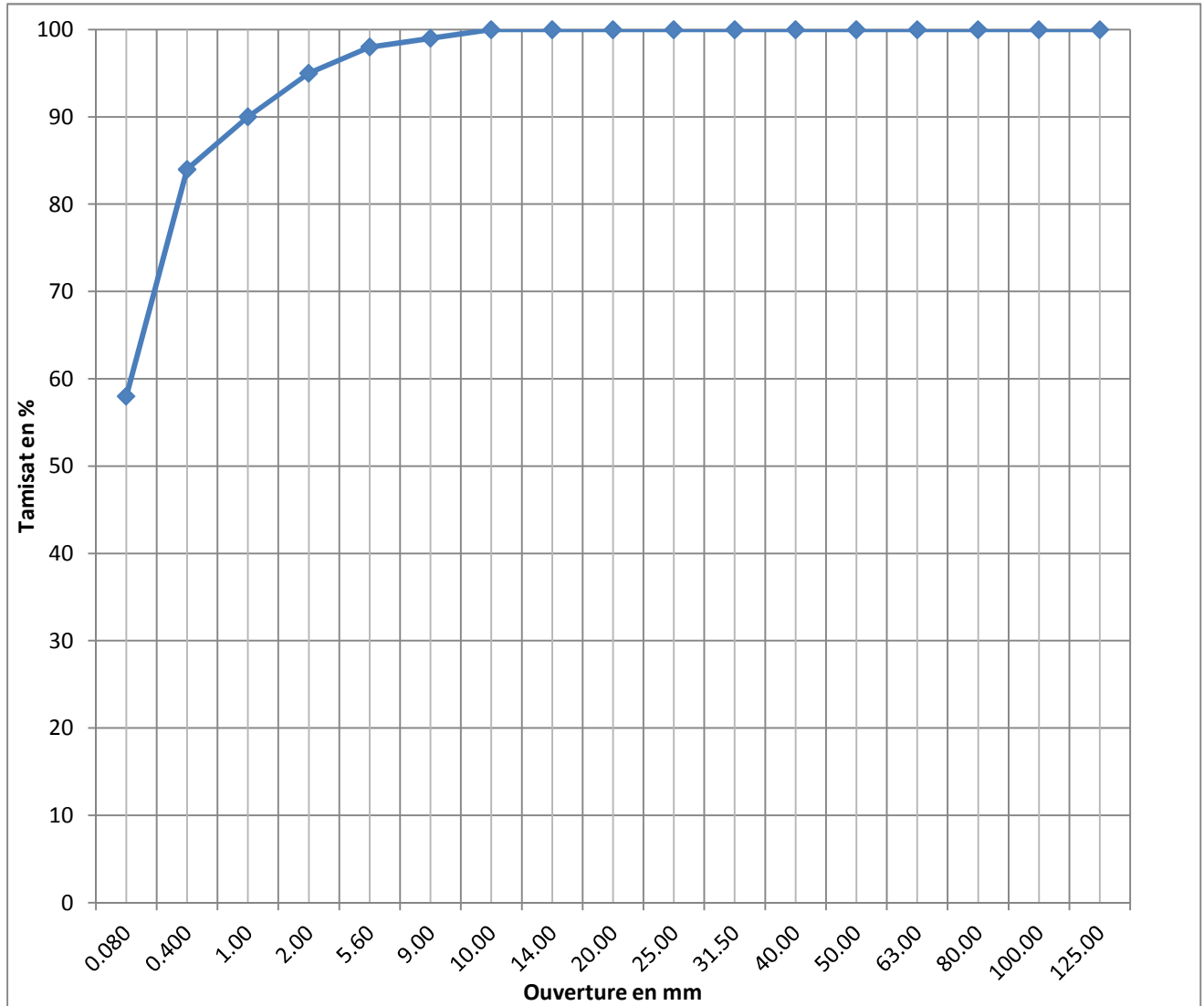
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086



Thomas Kauffmann
Technicien de Laboratoire

Page ANNEXE
20Q002272-003



Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e077841-005 (SED) - Average

Opérateur :

FPEP

Date de l'analyse :

jeudi 11 juin 2020 11:46:50

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

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

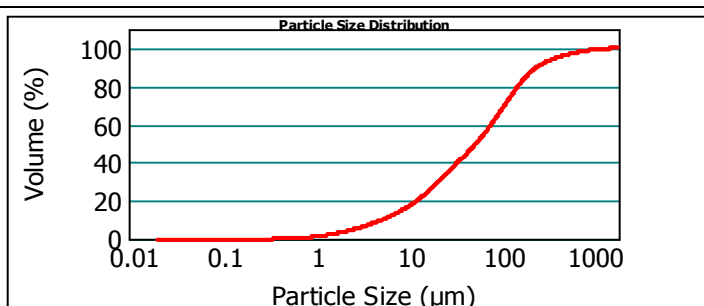
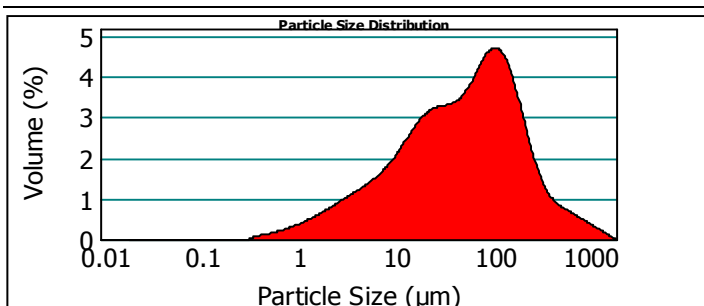
0.481 m²/g 115.209 μm 56.774 μm 33179.199 μm² 182.151 μm 2.029 μm 114.574 μm

* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 3.40%
 Percentage between 0.02 μm and 20.00 μm : 27.59%
 Percentage between 0.02 μm and 63.00 μm : 52.52%
 Percentage between 0.02 μm and 200.00 μm : 85.07%
 Percentage between 0.02 μm and 2000.00 μm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 3.40%
 Percentage between 2.00 μm and 20.00 μm : 24.19%
 Percentage between 20.00 μm and 50.00 μm : 19.47%
 Percentage between 50.00 μm and 200.00 μm : 38.01%
Percentage between 20.00 μm and 63.00 μm : 24.94%
Percentage between 63.00 μm and 200.00 μm : 32.55%
 Percentage between 200.00 μm and 2000.00 μm : 14.93%



■ 20e077841-005 (SED) - Average

jeudi 11 juin 2020 11:46:50

Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %
0.020	1.15	8.000	2.63	30.000	6.18	150.000	7.42	500.000	0.95	1500.000	0.17
1.000	2.25	10.000	5.95	40.000	4.93	200.000	4.33	600.000	1.23	2000.000	
2.000	1.11	15.000	1.11	50.000	5.47	250.000	2.58	800.000	0.41		
2.500	3.01	16.000	4.13	63.000	12.84	300.000	2.72	900.000	0.32		
4.000	6.25	20.000	8.36	100.000	12.28	400.000	1.43	1000.000	0.79		
8.000		30.000		150.000		500.000		1500.000			

Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00	8.000	13.77	30.000	35.94	150.000	77.65	500.000	96.14	1500.000	99.83
1.000	1.15	10.000	16.40	40.000	42.13	200.000	85.07	600.000	97.08	2000.000	100.00
2.000	3.40	15.000	22.35	50.000	47.06	250.000	89.40	800.000	98.31		
2.500	4.50	16.000	23.45	63.000	52.52	300.000	91.98	900.000	98.72		
4.000	7.52	20.000	27.59	100.000	65.36	400.000	94.71	1000.000	99.04		

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000	Durée d'analyse : 2 X 30 secondes
Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU 0.020 μm à 2000 μm	Indice de réfraction : 1.33
Logiciel : Malvern Application 5.60	Liquide : Water 800 mL
Modèle optique : Fraunhofer	Obscurisation : 11.53 %
Vitesse de la pompe : 3000 rpm	<i>- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure</i>

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-011292-01

Version du : 11/06/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G004918

Date de réception : 04/06/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200097087

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
004	Sédiments	20E077841-005 / EM4 -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G004918-004** | Version AR-20-IY-011292-01(11/06/2020) | Votre réf. 20E077841-005 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	3.9°C	Date de réception	04/06/2020 09:44
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	04/06/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>	<56	NPP/g



Tony Paris
Chef de Service

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004906-01 Version du : 22/06/2020

Page 1/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
004	Sols	20E077841-005	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Matériaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004906-01 Version du : 22/06/2020

Page 2/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Echantillon **20Q002272-004**

Référence : 20E077841-005

Date de prélèvement :

Début d'analyse : 22/06/2020

Description échantillon : EM4 -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 20 mm	100	%	
Passant à 14 mm	99	%	
Passant à 10 mm	97	%	
Passant à 9 mm	97	%	
Passant à 2 mm	94	%	
Passant à 1 mm	90	%	
Passant à 400 µm	84	%	
Passant à 80 µm	46	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches

P.B. : Produit Brut

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004906-01 Version du : 22/06/2020

Page 3/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

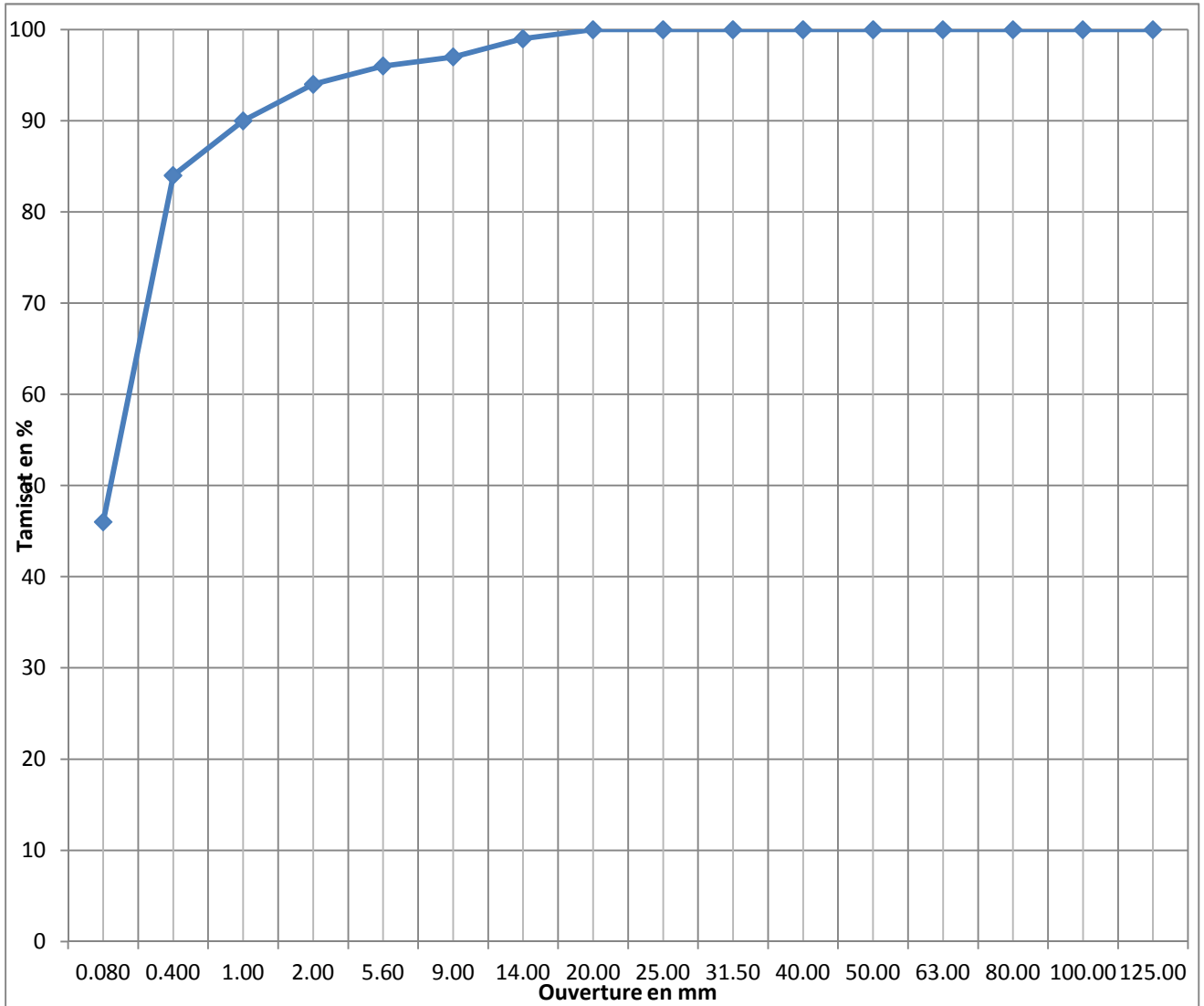
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086



Thomas Kauffmann
Technicien de Laboratoire

Page ANNEXE
20Q002272-004



Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e077841-006 (SED) - Average

Opérateur :

FPEP

Date de l'analyse :

jeudi 11 juin 2020 11:24:47

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

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

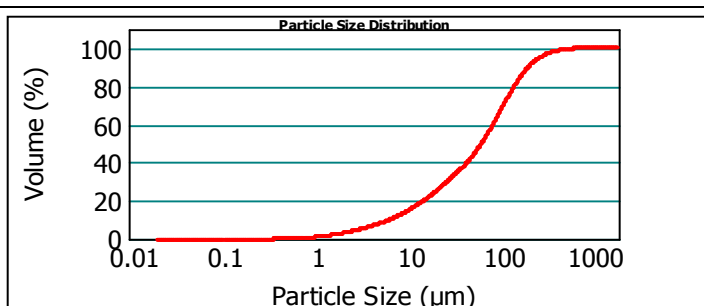
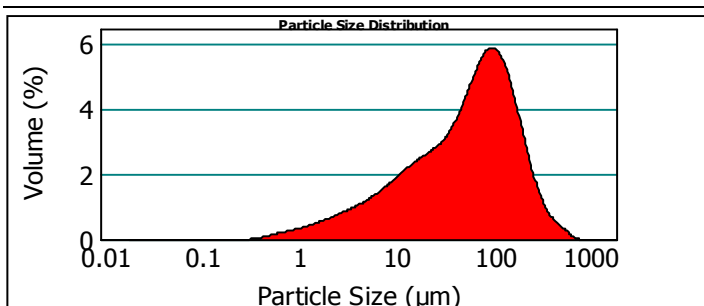
0.421 m²/g 91.784 μm 65.130 μm 9144.549 μm² 95.627 μm 1.409 μm 106.243 μm

* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 2.90%
 Percentage between 0.02 μm and 20.00 μm : 24.16%
 Percentage between 0.02 μm and 63.00 μm : 48.96%
 Percentage between 0.02 μm and 200.00 μm : 88.87%
 Percentage between 0.02 μm and 2000.00 μm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 2.90%
 Percentage between 2.00 μm and 20.00 μm : 21.26%
 Percentage between 20.00 μm and 50.00 μm : 18.26%
 Percentage between 50.00 μm and 200.00 μm : 46.44%
 Percentage between 20.00 μm and 63.00 μm : 24.80%
 Percentage between 63.00 μm and 200.00 μm : 39.91%
 Percentage between 200.00 μm and 2000.00 μm : 11.13%



■ 20e077841-006 (SED) - Average

jeudi 11 juin 2020 11:24:47

Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %
0.020	0.96	8.000	2.42	30.000	5.83	150.000	8.54	500.000	0.44	1500.000	0.00
1.000	1.94	10.000	5.33	40.000	5.31	200.000	4.65	600.000	0.24	2000.000	0.00
2.000	0.93	15.000	0.96	50.000	6.54	250.000	2.55	800.000	0.00		
2.500	2.55	16.000	3.51	63.000	16.30	300.000	2.32	900.000	0.00		
4.000	5.57	20.000	7.11	100.000	15.07	400.000	0.93	1000.000	0.00		
8.000		30.000		150.000		500.000		1500.000			

Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00	8.000	11.96	30.000	31.28	150.000	80.33	500.000	99.32	1500.000	100.00
1.000	0.96	10.000	14.38	40.000	37.11	200.000	88.87	600.000	99.76	2000.000	100.00
2.000	2.90	15.000	19.70	50.000	42.43	250.000	93.52	800.000	100.00		
2.500	3.83	16.000	20.66	63.000	48.96	300.000	96.07	900.000	100.00		
4.000	6.38	20.000	24.16	100.000	65.26	400.000	98.39	1000.000	100.00		

Paramètre d'analyse

Type d'instrument :	Malvern Mastersizer 2000	Durée d'analyse :	2 X 30 secondes
Gamme de mesure :	Préparateur Hydro MU 0.020 μm à 2000 μm	Indice de réfraction :	1.33
Logiciel :	Malvern Application 5.60	Liquide :	Water 800 mL
Modèle optique :	Fraunhofer	Obscurisation :	13.02 %
Vitesse de la pompe :	3000 rpm	<i>- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure</i>	

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-011293-01

Version du : 11/06/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G004918

Date de réception : 04/06/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200097087

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
005	Sédiments	20E077841-006 / ROU -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

N° ech **20G004918-005** | Version AR-20-IY-011293-01(11/06/2020) | Votre réf. 20E077841-006 Page 2/2

Température de l'air de l'enceinte	3.9°C	Date de réception	04/06/2020 09:44
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	04/06/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Microbiologie

	Résultat	Unité
IY240 : Bactéries coliformes et E. coli Prestation réalisée par nos soins <i>Culture sur film [Collert - Méthode NPP] - Méthode interne</i>		
Bactéries coliformes	<100	NPP/10 g
Escherichia coli	<100	NPP/10 g
IY00A : Entérocoques microplaque Prestation réalisée par nos soins <i>Technique MPN (miniturisée) - NF EN ISO 7899-1</i>		
	<56	NPP/g



Tony Paris
Chef de Service

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 2.00 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

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

Laboratoire habilité à vérifier la conformité sanitaire des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

Laboratoire agréé pour la réalisation des prélèvements, des analyses terrain et des analyses des paramètres du contrôle sanitaire des eaux - portée détaillée de l'agrément disponible sur demande.

Analyses effectuées par un laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27/10/2011.

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004907-01 Version du : 22/06/2020

Page 1/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Préleveur
005	Sols	20E077841-006	Client

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés pendant 1 mois après la date d'édition du rapport. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part.

EUROFINS ANALYSES DES MATERIAUX ET COMBUSTIBLES France SAS

20 rue du Kochersberg

67700 Saverne

SAS au capital de 115 750 €

APE 7120B RCS SAVERNE 529294100

TVA FR72529294100

Tél 03 88 021 562 - fax 03 88 916 531

Mail : Matériaux@Eurofins.com

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004907-01 Version du : 22/06/2020

Page 2/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086

N° Echantillon **20Q002272-005**

Référence : 20E077841-006

Date de prélèvement :

Début d'analyse : 22/06/2020

Description échantillon : ROU -

Essais Physiques

	Résultat	Unité	Limite
EM00M : Analyse granulométrique par tamisage à sec Prestation réalisée sur le site de Saverne (Non accrédité)			
Tamisage et gravimétrie - Méthode interne selon NF P 94-056			
Méthode	Lavage & tamisage voie sèche		
Passant à 125 mm	100	%	
Passant à 100 mm	100	%	
Passant à 80 mm	100	%	
Passant à 63 mm	100	%	
Passant à 50 mm	100	%	
Passant à 40 mm	100	%	
Passant à 31,5 mm	100	%	
Passant à 25 mm	100	%	
Passant à 20 mm	100	%	
Passant à 14 mm	100	%	
Passant à 9 mm	100	%	
Passant à 2 mm	98	%	
Passant à 1 mm	92	%	
Passant à 400 µm	82	%	
Passant à 80 µm	40	%	

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité des échantillons. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Les résultats non conformes aux limites ou références de qualité sont signalés par un rond noir ● .

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

Les résultats précédés du signe "<" correspondent à des limites de quantification. Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande. Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

MS : Matières Sèches

P.B. : Produit Brut

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-EM-004907-01 Version du : 22/06/2020

Page 3/3

Dossier N° : 20Q002272

Date de réception : 04/06/2020

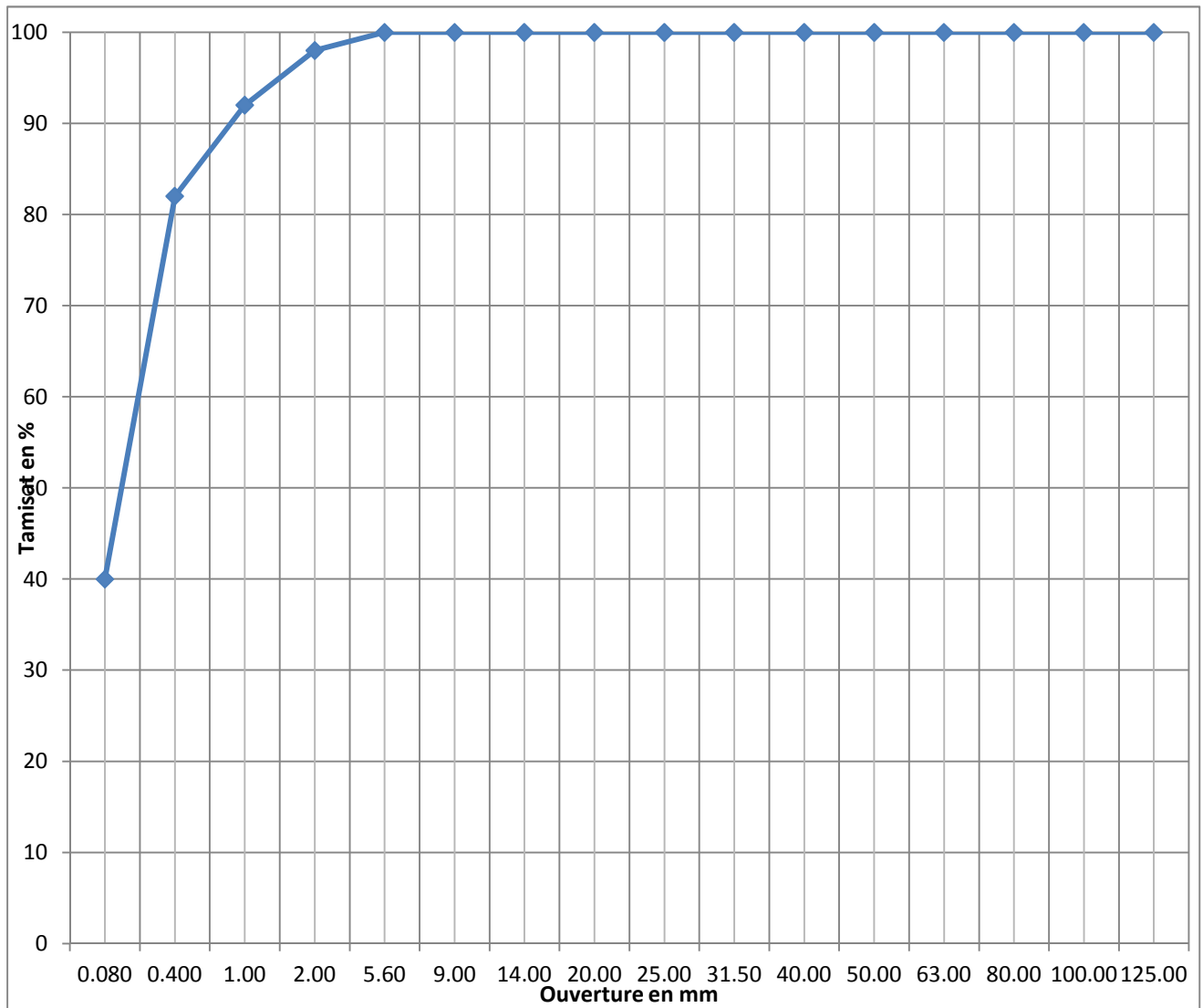
Référence Dossier :

Référence Commande : EUFRSA200097086



Thomas Kauffmann
Technicien de Laboratoire

Page ANNEXE
20Q002272-005





Mode de calcul des sommes

Contexte



Nous vous rappelons que notre laboratoire a mis en place depuis 2017 un nouveau mode de calcul des sommes.

Il s'appuie sur l'**Arrêté du 21 décembre 2007** relatif aux modalités d'établissement des redevances pour pollution de l'eau et pour modernisation des réseaux de collecte, qui définit les règles d'utilisation d'un résultat inférieur à la limite de quantification lors d'un calcul.

Ce mode de calcul est déjà appliqué aux matrices solides (sols-boues-sédiments-solides divers-enrobés routiers). Il en est désormais de même pour les matrices liquides (eaux douces-eaux résiduaires-eaux salines-éluats...) et les Gaz des Sols.

Cas général

Le résultat rendu dorénavant sur tous nos échantillons ne sera plus encadré par un intervalle de valeurs mais correspondra à un résultat unique. *LQ = limite de quantification*

1/ Existence d'une LQ réglementaire

Pour les matrices **Eaux résiduaires**, **Eaux douces** et **Sédiments**, la LQ réglementaire est celle définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'**Arrêté du 27 octobre 2011**, portant les modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau.

Pour la **matrice d'Eau de Consommation**, la LQ réglementaire est celle définie selon l'**Arrêté du 11 janvier 2019** modifiant l'arrêté du 5 juillet 2016 relatif aux conditions d'agrément des laboratoires pour la réalisation des prélèvements et des analyses du contrôle sanitaire des eaux et l'arrêté du 19 octobre 2017 relatif aux méthodes d'analyse utilisées dans le cadre du contrôle sanitaire des eaux.

Résultat d'analyse \leftarrow LQ laboratoire \leftarrow LQ réglementaire
 → Résultat = 0

Exemple pour les métaux :

Cd : LQ labo = 0.1 mg/L et LQ réglementaire = 0.1 mg/L
 Pb : LQ labo = 0.05 mg/L et LQ réglementaire = 0.1 mg/L

Dans ce cas, le résultat retenu pour chaque métal sera « zéro ».

Résultat d'analyse \leftarrow LQ laboratoire \rightarrow LQ réglementaire
 → Résultat = LQ labo / 2

Exemple pour les PCB :

PCB 28 : LQ labo = 0.2 µg/L et LQ réglementaire = 0.1 µg/L
 PCB 52 : LQ labo = 0.2 µg/L et LQ réglementaire = 0.1 µg/L
 PCB 180 : LQ labo = 0.2 µg/L et LQ réglementaire = 0.1 µg/L
 Dans ce cas, le résultat retenu pour chaque PCB sera « LQ labo/2 »

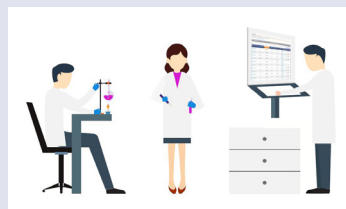
2/ Absence d'une LQ réglementaire

Résultat d'analyse \leftarrow LQ laboratoire
 → Résultat = 0

Exemple pour les BTEX :

Benzène => < 10 µg/L
 Toluène => < 10 µg/L
 Ethylbenzène => < 10 µg/L
 Xylènes => < 10 µg/L

Dans ce cas, le résultat retenu pour chaque BTEX sera « zéro ».



Calcul de la somme des résultats

→ si au final la somme des résultats est égale à « zéro », alors le résultat rendu correspondra à la LQ laboratoire la plus élevée des paramètres sommés

Exemple pour les BTEX :

LQ Benzène => < 10 µg/support
 LQ Toluène => < 10 µg/support
 LQ Ethylbenzène => < 10 µg/support
 LQ Xylène => < 20 µg/support
 Le résultat de la somme sera < 20 µg/support

→ si au final la somme des résultats est différente de « zéro », alors le résultat rendu correspondra à la somme des résultats obtenus pour les différents paramètres sommés.

Exemple pour les urées :

Buturon = 0.05 µg/L
 Chlorbromuron = 0.05 µg/L
 Chlortoluron < 0.05 µg/L
 Le résultat de la somme sera de 0.05 + 0.05 + 0 = 0.10 µg/L

Cas particuliers

À partir de janvier 2020 pour les analyses nécessitant une pondération dans le rendu des résultats, le calcul des sommes sera également modifié.

Cette évolution fera l'objet d'une communication particulière prochainement.

CREOCEAN

Jerôme DAVIGNON

4 Rue Viviani – CS 26220

44262 NANTES CEDEX 2

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E078170

Version du : 13/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-118467-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

Coordinateur de Projets Clients : Alexandra Scherrer / AlexandraScherrer@eurofins.com / +33 388025186

N° Ech	Matrice	Référence échantillon
001	Sédiments (SED)	moyen bas sablons

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E078170

Version du : 13/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-118467-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

001**moyen bas
sablons****SED**

28/05/2020

08/06/2020

9°C

Sous-traitance | Eurofins Ecotoxicologie France

IY031 : Tamissage, centrifugation	g/kg	voir rapport joint
IY00H : Lixiviation		voir rapport joint
IY00Q : Test Microtox sur éluat		
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	% (CE 50)	voir rapport joint
Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min)	% (CE 50)	voir rapport joint
Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	% (CE 50)	voir rapport joint
IX00A : Test Brachionus		
Brachionus calyciflorus CE20/48h	% (CE 20)	voir rapport joint
Brachionus calyciflorus CE50/48h	% (CE 50)	voir rapport joint
IX248 : Test plantes émergence et croissance - 1 semence	% (CE 50)	voir rapport joint

D : détecté / ND : non détecté

z2 ou (2) : zone de contrôle des supports

Observations	N° Ech	Réf client
Date de prélèvement non communiquée	(001)	moyen bas sablons

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E078170

Version du : 13/07/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-118467-01

Date de réception technique : 02/06/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Référence Commande : 20/048

**Gilles Lacroix**

Coordinateur Projets Clients

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

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

L'information relative au seuil de détection d'un paramètre n'est pas couverte par l'accréditation Cofrac.

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

Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande.

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

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

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

Laboratoire agréé par le ministre chargé des installations classées conformément à l'arrêté du 11 Mars 2010. Mention des types d'analyses pour lesquels l'agrément a été délivré sur : www.eurofins.fr ou disponible sur demande.

Annexe technique
Dossier N° : 20E078170

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-118467-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-563710

Nom projet :

Référence commande : 20/048

Sédiments

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

Annexe de traçabilité des échantillons

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

Dossier N° : 20E078170

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-118467-01

Emetteur :

Commande EOL : 006-10514-563710

Nom projet : N° Projet : 190450

Référence commande : 20/048

creocean

Nom Commande : Saint Malo Naye et Bas Sablons

Sédiments

N° Ech	Référence Client	Date & Heure Prélèvement	Date de Réception Physique (1)	Date de Réception Technique (2)	Code-Barre	Nom Flacon
001	moyen bas sablons		30/05/2020	02/06/2020		

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

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

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-014164-01

Version du : 13/07/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G004877

Date de réception : 03/06/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200097109

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
001	Sédiments	20E078170-001 / moyen bas sablons -	(84) (voir note ci-dessous)

(84) Date de prélèvement non communiquée

Température de l'air de l'enceinte	7.6°C	Date de réception	03/06/2020 11:36
Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Début d'analyse	03/07/2020
Date de prélèvement	Non communiquée		

Ecotoxicologie continentale

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

Divers

	Résultat	Unité
IY031 : Tamisage, centrifugation Prestation réalisée par nos soins Technique -	voir rapport joint	g/kg



Eloise Renouf
Ingénieur Projets

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

Pour déclarer, ou non, la conformité à la spécification, il n'a pas été tenu explicitement compte de l'incertitude associée au résultat. Tous les éléments de traçabilité, ainsi que les incertitudes de mesure, sont disponibles sur demande.
Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

Les données fournies par le client ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

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

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES
POUR L'ENVIRONNEMENT
(Saverne)**

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

« 20E078170-001 »

Rapport d'analyses n° 20FER6-0675 du 13/07/2020

SOMMAIRE

I.	PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	4
II.	VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE DES SEDIMENTS : CRITERE HP14*	4
III.	PREPARATION DES ELUATS.....	5
IV.	DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	5
IV.1	DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES	5
IV.2	TESTS DE TOXICITE REALISES SUR MATRICES LIQUIDES	5
IV.2.1	<i>Tests de toxicité aiguë.....</i>	<i>5</i>
IV.2.2	<i>Test de toxicité chronique.....</i>	<i>6</i>
IV.3	TESTS DE TOXICITE REALISES SUR SEDIMENTS CENTRIFUGES.....	7
IV.3.1	<i>Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance de semences par une matrice potentiellement polluée (NF EN ISO 11269-2, 2013)</i>	<i>7</i>
V.	DATES DES DIFFERENTES ETAPES.....	7
VI.	CARACTERISATION DU SEDIMENT	8
VI.1	ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES.....	8
VI.2	RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	8
VI.2.1	<i>- Résultats des essais d'écotoxicité sur éluats</i>	<i>8</i>
VI.2.2	<i>- Ecotoxicité de la matrice solide.....</i>	<i>11</i>
VII.	SYNTHESE DES RESULTATS.....	12
VIII.	CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	13
VIII.1	TEST <i>VIBRIO FISCHERI</i> :	13
VIII.2	TEST <i>BRACHIONUS</i> :	13
VIII.3	TEST PLANTES :	13

Liste des tableaux

Tableau 1 . Tableau récapitulatif en % (Volume/Volume) des résultats des tests biologiques réalisés sur les éluats.....	8
Tableau 2. Classement du sédiment sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë	9
Tableau 3 . Classement des sédiments sur la base des tests biologiques de toxicité chronique	10
Tableau 4. Tableau récapitulatif des résultats en % de matière sèche (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute	11
Tableau 5. Classement du sédiment sur la base des tests biologiques sur matrice brute	11
Tableau 6. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus	12

Liste des figures

Figure 1. Toxicité aiguë sur éluats.....	9
Figure 2. Toxicité chronique sur éluats.....	10
Figure 3 . Toxicité terrestre sur sédiment	11

I. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon de sédiment référencé « 20E078170-001 » réceptionné le 3 juin 2020.

Date de prélèvement : non communiquée.

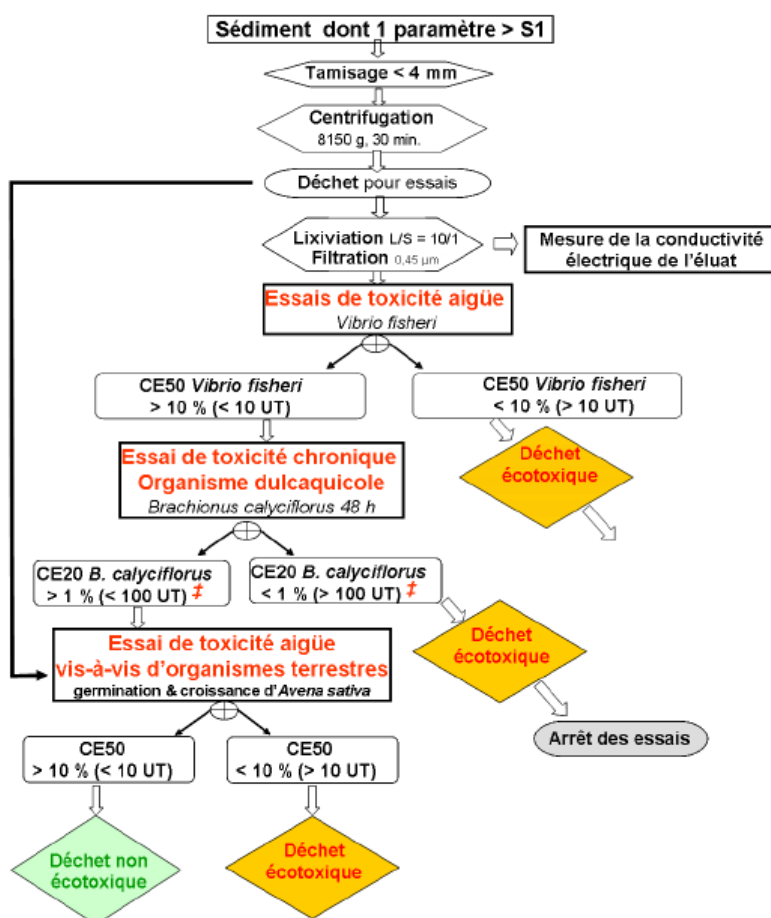
Référence Eurofins Ecotoxicologie France : 20G004877-001.

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

II. VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE DES SEDIMENTS : CRITERE HP14*

* anciennement appelé critère H14.

Les essais à réaliser sur chaque échantillon sont ceux proposés dans le rapport INERIS - DRC-15-149793-06416A réalisé pour le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) – « Classification réglementaire des déchets - Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité » pour la mesure du paramètre HP14 sur les sédiments marins et continentaux (4 février 2016). La figure ci-dessous illustre le logigramme à appliquer. Suivant le déroulement de l'étude, certains échantillons pourront n'être soumis qu'à une partie des tests.



III. PREPARATION DES ELUATS

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

1. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
2. Agitation 24 heures, par retournement (5 à 10 tours/min),
3. Séparation par centrifugation 3000 t/min, 30 min,
4. Filtration de l'éluat à 0,45 µm sur filtre nylon.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

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

IV.2 Tests de toxicité réalisés sur matrices liquides

IV.2.1 Tests de toxicité aiguë

IV.2.1.1 Test d'inhibition de la luminescence de bactéries marines (*Vibrio fischeri* ou Microtox®, NF EN ISO 11348-3, 2009)

Ce test repose sur la détermination de l'inhibition de la luminescence émise par une bactérie marine *Vibrio fischeri* (anciennement *Photobacterium phosphoreum*). Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 5, 15 à 30 minutes inhibe 50 % de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par CE 50-t, t représentant le temps de contact des bactéries avec l'échantillon.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 2.

Organisme d'essai : *Vibrio fischeri* (NRRL B-11177).
Fournisseur de la souche lyophilisée : R-Biopharm.

Essai sur substances de référence réalisé à chaque série analytique comprenant au moins un essai définitif : - ZnSO₄, 7H₂O ou 3,5-dichlorophénol (C₆H₄OCl₂) ou K₂Cr₂O₇.

Méthode de calcul de la CE50 : logiciel Microtox-Omni.

IV.2.2 Test de toxicité chronique

IV.2.2.1 Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de *Brachionus calyciflorus* en 48 heures - Essai d'inhibition de la croissance de la population (NF ISO 20666, 2009)

De jeunes femelles *Brachionus calyciflorus* (*Monogota*, *Rotifera*), âgées de moins de 2 heures au début de l'essai, sont exposées individuellement pendant une période de 48 heures à une gamme de concentrations de l'échantillon.

En fin d'essai, le nombre de rotifères femelles est déterminé et, par comparaison avec le témoin, les pourcentages d'inhibition de la croissance de la population sont déterminés à chaque concentration.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 8.

Organisme d'essai : *Brachionus calyciflorus*

Fournisseur des sporocystes déshydratés : R-Biopharm.

Essai sur substance de référence réalisé une fois par mois : $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Méthode de calcul de la CE20 : modèle logistique basé sur l'équation de Hill (macro Regtox_ev6.6.2.xls).

IV.3 Tests de toxicité réalisés sur sédiments centrifugés

IV.3.1 Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance de semences par une matrice potentiellement polluée (NF EN ISO 11269-2, 2013)

Les échantillons de sédiment sont dilués avec le milieu ISO (mélange de 70 % de sable de Fontainebleau, 20 % de kaolinite et 10 % de sphaigne). Les différentes graines (monocotylédone : avoine – *Avena sativa*) sont plantées dans les dilutions.

L'essai se déroule en 2 étapes (nombre de graines semées par pot : 10) :

- un essai préliminaire de 7 jours qui permet d'étudier l'effet de différentes concentrations comprises entre 1 et 100 % d'échantillon (une réplique par concentrations testées et témoin),
- un essai définitif pour lequel une série de 5 dilutions est réalisée (en se plaçant aux bornes des dilutions pour lesquelles l'émergence passait de 0 à 100 % lors de l'essai préliminaire) – 4 répliques par concentrations testées et témoin.

L'émergence et la croissance des semences sont suivies quotidiennement lors de l'arrosage.

Après 7 jours, les graines germées sont comptabilisées dans les différentes dilutions pour déterminer l'effet sur la germination et le nombre de pousses est réduit à cinq.

Après 14 jours minimum et au maximum au bout de 21 jours après que 50 % des semis témoins ont émergés, la biomasse de chaque dilution est quantifiée par pesée.

Méthode de calcul des CE50 (germination et croissance) : modèle statistique Log-Probit ou par interpolation linéaire (logiciel Toxcalc).

Diamètre des pots : 9,5 cm.

Masse de sol par pot : de l'ordre de 250 grammes.

Type d'environnement : phytotron.

Cycle jour/nuit : 16 heures/8 heures.

Température : 22 °C +/- 1 °C (jour) / 18 °C +/- 1 °C (nuit).

Humidité relative : 70 %.

Type d'éclairage : tubes fluorescents « lumière du jour ».

Intensité de l'éclairage : environ 7 500 lux.

V. DATES DES DIFFERENTES ETAPES

Tamissage à 4 mm : 25/06/20.

Centrifugation : 25/06/20.

Lixiviation : 29-30/06/20.

Date des essais définitifs :

- Test *Vibrio fischeri* : 03/07/20 (échantillon congelé avant analyse).
- Test Brachionus : 01-03/07/20.
- Test plantes : 26/06/20.

VI. CARACTERISATION DU SEDIMENT

VI.1 Analyses physico-chimiques

Teneur en eau de l'échantillon brut : 40 %.

Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation : 32 %.

	pH	Oxygène dissous (mg/L)	Conductivité (μ S/cm)
Eaux interstitielles			999
Eluats	7,2	6,9	506

VI.2 Résultats des tests biologiques de toxicité

VI.2.1 - Résultats des essais d'écotoxicité sur éluats

	Tests	Effet	Descripteur toxicologique	20E078170-001
Tests de toxicité aiguë	Microtox®	Inhibition de la luminescence	CE 50-5 min	Non toxique à 80 %
			CE 50-15 min	Non toxique à 80 %
			CE 50-30 min	Non toxique à 80 %
Tests de toxicité chronique	Brachionus	Croissance de la population	CE 20-48h	Non toxique à 90 %

Tableau 1 . Tableau récapitulatif en % (Volume/Volume) des résultats des tests biologiques réalisés sur les éluats

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE50% et/ou CE20% (si calculable)

En gras : CE50% < 10 % et/ou CE20% < 1 %

VI.2.1.1 Résultats des essais de toxicité aiguë

Le tableau 2 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë réalisés sur les éluats, sur la base du seuil à 10 %.

	Classement sur la base du test Microtox®	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*
20E078170-001	-	-

+ « ombré » : classé comme dangereux pour l'environnement

- : classé comme non dangereux pour l'environnement

* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme écotoxique

Tableau 2. Classement du sédiment sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë

La figure 1 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë réalisés sur les éluats sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10 %.

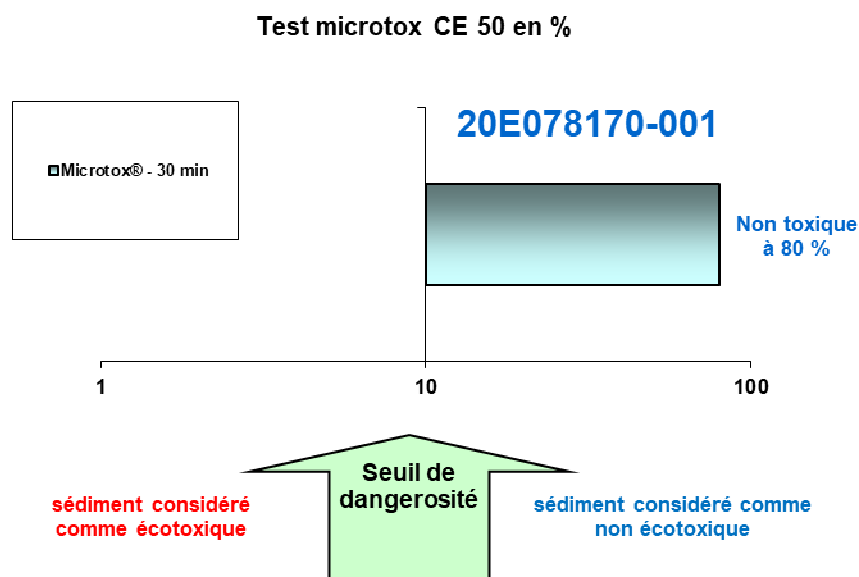


Figure 1. Toxicité aiguë sur éluats

VI.2.1.2 Résultats des essais de toxicité chronique

Le tableau 3 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité chronique sur la base du seuil à 1 %.

Sédiments	Classement sur la base du test Brachionus	Classement sur la base des essais de toxicité chronique
20E078170-001	-	-

+ « ombré » : classé comme dangereux pour l'environnement

- : classé comme non dangereux pour l'environnement

* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme écotoxique

Tableau 3 . Classement des sédiments sur la base des tests biologiques de toxicité chronique

La figure 2 présente sous forme d'histogramme la synthèse des résultats des tests de toxicité chronique sur la base du seuil à 1 %.

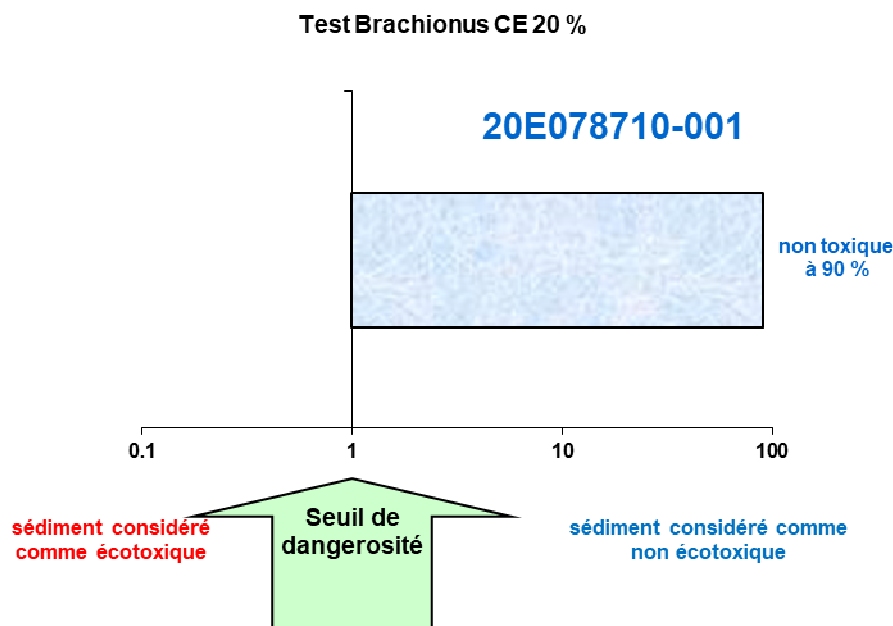


Figure 2. Toxicité chronique sur éluats

VI.2.2 - Ecotoxicité de la matrice solide

Remarque : 68 % d'échantillon en équivalent matière sèche correspond à 100 % d'échantillon brut pré-traité.

Tests	Effet	Descripteur toxicologique	20E078170-001
Avoine	Germination	CE 50	>68 % de MS
Avoine	Croissance	CE 50-21 jours	26,8 % de MS

Tableau 4. Tableau récapitulatif des résultats en % de matière sèche (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE50% (si calculable)

En gras : CE50% < 10

Le tableau 5 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute, en considérant le seuil de 10%.

Sédiment	Classement sur la base de l'émergence et de croissance de l'avoine (<i>Avena sativa</i>)	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*
20E078170-001	-	-

+ « ombré » : classé comme dangereux pour l'environnement

- : classé comme non dangereux pour l'environnement

* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme écotoxique

Tableau 5. Classement du sédiment sur la base des tests biologiques sur matrice brute

La figure 3 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice solide sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10 %.

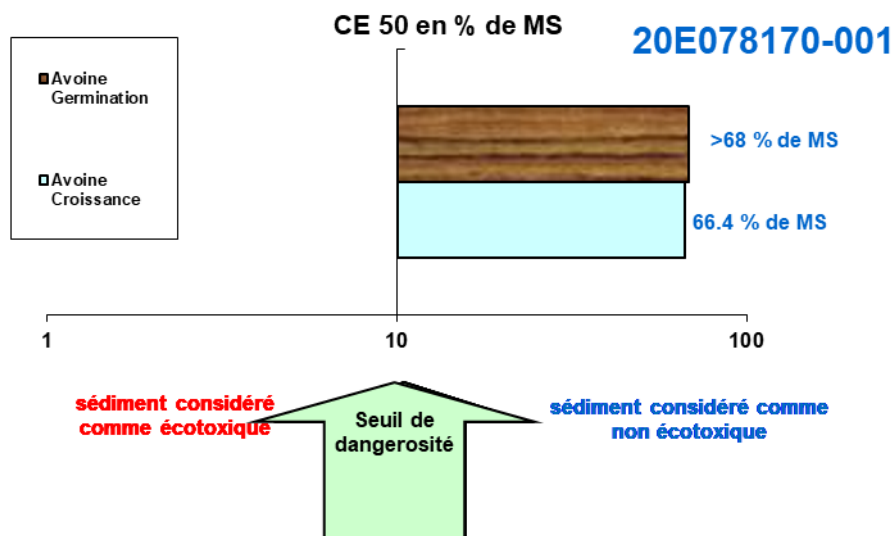


Figure 3 . Toxicité terrestre sur sédiment

VII. SYNTHÈSE DES RESULTATS

Le tableau 6 présente les résultats obtenus en termes de classement des sédiments, respectivement en fonction des seuils de dangerosité.

Sédiment	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*	Synthèse*
20E078170-001	-	-	-	-

+ « ombré » : classé comme dangereux pour l'environnement

- : classé comme non dangereux pour l'environnement

* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme écotoxique

Tableau 6. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus

- **Pour le test de toxicité aiguë**, réalisé sur éluat avec un seuil de CE 50 à 10 %,
 - ⇒ L'échantillon « 20E078170-001 » n'est pas considéré comme écotoxique par le test Microtox®,

- **Pour le test de toxicité chronique**, réalisés sur éluat avec un seuil de CE 20 à 1 %,
 - ⇒ L'échantillon « 20E078170-001 » n'est pas considéré comme écotoxique par les tests sur la croissance de la population des Brachionus,

- **Pour le test de toxicité terrestre**, avec un seuil de CE 50 à 10 %,
 - ⇒ L'échantillon « 20E078170-001 » n'est pas considéré comme écotoxique.

Dans le cadre du critère HP14 et en fonction des seuils retenus par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie en 2016, l'échantillon « 20E078170-001 » n'est pas considéré comme écotoxique.

VIII. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

VIII.1 Test *Vibrio fischeri* :

- Les rapports des blancs sont compris entre 0,6 et 1,8.
- L'écart par rapport à la moyenne des témoins est inférieur à ou égal 3 % (arrondi à un chiffre significatif).
- Pour les déterminations effectuées en double, les taux d'inhibition ne donnent pas d'écart strictement supérieur à 3 %.
- L'inhibition de la luminescence est comprise entre 20 % et 80 % au bout de 30 min +/- 20 secondes aux concentrations suivantes :
 - 2,2 mg/L de Zn^{2+} (sous forme de $ZnSO_4, 7H_2O$) :49 %

VIII.2 Test *Brachionus* :

- Pourcentage de reproduction observé dans plus de 87,5 % des répliques du lot témoin (100 %).
- Nombre moyen de *Brachionus calyciflorus* femelles dénombrées par puits dans le lot témoin supérieur à 3 à la fin de l'essai : 4,1.
- Substance de référence réalisée le 1^{er} Juillet 2020 : ($CuSO_4, 5H_2O$).CE 50-72h = 23,4 $\mu g/L$ de Cu^{2+} .

VIII.3 Test plantes :

- Nombre moyen de graines germées supérieur à 7 dans le lot témoin :
 - avoine (*Avena sativa*) : 8,8.

A Maxéville, le 13/07/2020,
Eloïse Renouf, Ingénieur Projets.



CREOCEAN

Jerôme DAVIGNON

4 Rue Viviani – CS 26220

44262 NANTES CEDEX 2

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E078378

Version du : 12/06/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-089964-01

Date de réception technique : 30/05/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo

Référence Commande : 20/121

Coordinateur de Projets Clients : Alexandra Scherrer / AlexandraScherrer@eurofins.com / +6 4974 5158

N° Ech	Matrice	Référence échantillon
001	Sédiments (SED)	Moyen Bas Sablon

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E078378

Version du : 12/06/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-089964-01

Date de réception technique : 30/05/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo

Référence Commande : 20/121

N° Echantillon

Référence client :

Matrice :

Date de prélèvement :

Date de début d'analyse :

Température de l'air de l'enceinte :

001
**Moyen Bas
Sablon
SED**

28/05/2020

03/06/2020

10.9°C

Sous-traitance | Eurofins Expertises Environnementales

 Y005 : **Test sur embryon de
bivalve - Huitres**

g/kg M.S.

cf rapport

D : détecté / ND : non détecté

z2 ou (2) : zone de contrôle des supports

Observations	N° Ech	Réf client
Date de prélèvement non communiquée	(001)	Moyen Bas Sablon
Rapport d'analyse n°20G005043-001 version 1 du 12/06/2020.	(001)	Moyen Bas Sablon



 Stéphanie André
Responsable Service Clients

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E078378

Version du : 12/06/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-089964-01

Date de réception technique : 30/05/2020

Première date de réception physique : 30/05/2020

Référence Dossier : N° Projet : 190450

Nom Projet : creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo

Référence Commande : 20/121

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

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

L'information relative au seuil de détection d'un paramètre n'est pas couverte par l'accréditation Cofrac.

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

Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande.

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

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

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

Laboratoire agréé par le ministre chargé des installations classées conformément à l'arrêté du 11 Mars 2010. Mention des types d'analyses pour lesquels l'agrément a été délivré sur : www.eurofins.fr ou disponible sur demande.

Annexe technique

Dossier N° : 20E078378

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-089964-01

Emetteur : Mr Jérôme DAVIGNON

Commande EOL : 006-10514-587650

Nom projet :

Référence commande : 20/121

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
IY005	Test sur embryon de bivalve - Huitres	Technique - NF ISO 17244		g/kg M.S.	Prestation soustraite à Eurofins Expertises Environnementales SAS

Annexe de traçabilité des échantillons

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

Dossier N° : 20E078378

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-089964-01

Emetteur :

Commande EOL : 006-10514-587650

Nom projet : N° Projet : 190450

Référence commande : 20/121

creocean

Nom Commande : 190450 Saint-Malo

Sédiments

N° Ech	Référence Client	Date & Heure Prélèvement	Date de Réception Physique (1)	Date de Réception Technique (2)	Code-Barre	Nom Flacon
001	Moyen Bas Sablon		30/05/2020	30/05/2020		

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

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

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

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**

***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

20E078378-001

Rapport d'analyses n° 20G005043-001 version 1 du 12/06/2020

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 14 pages.

SOMMAIRE

I. OBJET DU RAPPORT	3
II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	3
III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	3
IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	3
IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	3
IV.2 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u> <u>GIGAS</u> , NF ISO 17244 - 2015).....	4
IV.2.1 Préparation des solutions.....	4
IV.2.2 Obtention des gamètes	4
IV.2.3 Réalisation des fécondations.....	5
IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.....	5
IV.2.5 Obtention des résultats	5
V. RESULTATS	6
VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	7

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS

Adresse : 5, rue d'Otterswiller – F – 67700 Saverne

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 5 juin 2020 suivant commande n° EUFRSA2-00097119 du 2 juin 2020 de Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé 20E078378-001 de siccité égale à 57 %.

Nom complet : 20E078378-001 PSV : Moyen Bas Sablon.

Date de prélèvement : NC.

Date de réception : 05/06/2020.

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 20G005043-001.

III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 08-09/06/2020.

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (9160) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : “ concentration sans effet observé ” ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : “ concentration minimale avec effet observé ” ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

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

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

IV.2 Test de toxicité sur le développement embryon-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

IV.2.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 09/06/2020.

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 gMS/L (grammes de Matière Sèche par litre) et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 gMS/L qui est remplacée par 5,0 gMS/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le Cu^{2+} , sous forme de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

IV.2.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1 mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

IV.2.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 µL pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

IV.2.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀: modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CMEO : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

V. RESULTATS

NB : La date de prélèvement n'étant pas communiquée, nous ne pouvons garantir le respect des délais de stabilité/normatifs de mise en analyse et les résultats d'analyse peuvent donner lieu à des réserves.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 10/06/2020.

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,8	8,5	8,0	8,0
Salinité ‰	Méthode interne	31,6	3,0	25,7	32,3
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100	>100

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 11/06/2020.

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	7,9	8,1	8,1
Salinité ‰	Méthode interne	32,6	26,1	33,1
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100

Valeurs des descripteurs toxicologiques :

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	20E078378-001 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE₅₀	2,8 gMS/L (2,7-3,0)
			CSEO	1,8 gMS/L
			CME0	3,2 gMS/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «20E078378-001»
 Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% (si calculable).

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 97,7 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 35,0 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 3, indiquant une toxicité forte.

VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 85,8 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 $\mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} : $\text{CE50 Cu}^{2+} = 8,3 \mu\text{g/L}$ (intervalle de confiance compris entre 7,9 et 8,7 $\mu\text{g/L}$; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 12/06/2020.

Eloïse Renouf, Ingénieur projet Ecotoxicologie marine.



ANNEXE 1 :

Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ ,6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ , 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ , 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ ,5H ₂ O	0,015
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	92	8	8.0%
3	89	11	11.0%
4	87	13	13.0%
5	81	19	19.0%
6	84	16	16.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
10 gMS/L	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	2	98	98.0%	97.7%
	3	97	97.0%	96.5%
5 gMS/L	1	99	99.0%	98.8%
<i>Moyenne</i>	<i>2.0</i>	<i>98.0</i>	<i>98.0%</i>	<i>97.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	30	70	70.0%	65.0%
	33	67	67.0%	61.6%
3.2 gMS/L	28	72	72.0%	67.4%
<i>Moyenne</i>	<i>30.3</i>	<i>69.7</i>	<i>69.7%</i>	<i>64.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	80	20	20.0%	6.8%
	81	19	19.0%	5.6%
1.8 gMS/L	80	20	20.0%	6.8%
<i>Moyenne</i>	<i>80.3</i>	<i>19.7</i>	<i>19.7%</i>	<i>6.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	86	14	14.0%	-0.2%
	90	10	10.0%	-4.9%
1 gMS/L	89	11	11.0%	-3.7%
<i>Moyenne</i>	<i>88.3</i>	<i>11.7</i>	<i>11.7%</i>	<i>-2.9%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

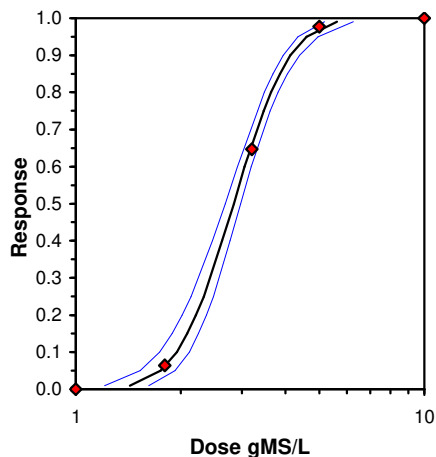
Start Date: 10/06/2020	Test ID: 5043-001	Sample ID: 20E078378-001
End Date: 11/06/2020	Lab ID:	Sample Type:
Sample Date:	Protocol: -NF ISO 17244-2015	Test Species: CG-Crassostrea gigas
Comments:		

Conc-gMS/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.9200	0.8900	0.8700	0.8100	0.8400
1	0.8600	0.9000	0.8900			
1.8	0.8000	0.8100	0.8000			
3.2	0.3000	0.3300	0.2800			
5	0.0200	0.0300	0.0100			
10	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-gMS/L	Transform: Arcsin Square Root						N	t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%						
B-Control	0.8583	1.0000	1.1884	1.1198	1.2840	5.317	6				85	600
1	0.8833	1.0291	1.2230	1.1873	1.2490	2.616	3	-1.168	2.602	0.0771	35	300
1.8	0.8033	0.9359	1.1114	1.1071	1.1198	0.656	3	2.599	2.602	0.0771	59	300
*3.2	0.3033	0.3534	0.5831	0.5576	0.6119	4.688	3	20.423	2.602	0.0771	209	300
*5	0.0200	0.0233	0.1387	0.1002	0.1741	26.717	3	35.414	2.602	0.0771	294	300
*10	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	38.406	2.602	0.0771	300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.95683	0.873	0.47485	1.43525						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	1.8	3.2	2.4		0.05748	0.06678	0.97348	0.00176	1.9E-16	5, 15

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	7.83605	0.63389	6.59363	9.07848	0.14167	1.28426	7.81473	0.73	0.45265	0.12762	3
Intercept	1.45297	0.33454	0.79727	2.10867							
TSCR	0.135	0.01113	0.1132	0.15681							
Point	Probits	gMS/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	1.43145	1.21188	1.61827							
EC05	3.355	1.74883	1.53471	1.92712							
EC10	3.718	1.94585	1.73978	2.11621							
EC15	3.964	2.09117	1.89281	2.25486							
EC20	4.158	2.21438	2.02346	2.37212							
EC25	4.326	2.32584	2.14219	2.47817							
EC40	4.747	2.63223	2.46938	2.77115							
EC50	5.000	2.83567	2.68526	2.96888							
EC60	5.253	3.05482	2.91393	3.18734							
EC75	5.674	3.45724	3.31584	3.61055							
EC80	5.842	3.63127	3.48131	3.80349							
EC85	6.036	3.84521	3.67861	4.04804							
EC90	6.282	4.13238	3.93509	4.38682							
EC95	6.645	4.59794	4.33683	4.95505							
EC99	7.326	5.61736	5.18146	6.25449							



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	92	8	8.0%
3	89	11	11.0%
4	87	13	13.0%
5	81	19	19.0%
6	84	16	16.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Témoins positifs (Cu2+)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
18µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10µg/L	25	75	75.0%	70.9%
	25	75	75.0%	70.9%
	24	76	76.0%	72.0%
<i>Moyenne</i>	<i>24.7</i>	<i>75.3</i>	<i>75.3%</i>	<i>71.3%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5.6µg/L	71	29	29.0%	17.3%
	80	20	20.0%	6.8%
	70	30	30.0%	18.4%
<i>Moyenne</i>	<i>73.7</i>	<i>26.3</i>	<i>26.3%</i>	<i>14.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2µg/L	80	20	20.0%	6.8%
	81	19	19.0%	5.6%
	81	19	19.0%	5.6%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>6.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8µg/L	83	17	17.0%	3.3%
	82	18	18.0%	4.5%
	86	14	14.0%	-0.2%
<i>Moyenne</i>	<i>83.7</i>	<i>16.3</i>	<i>16.3%</i>	<i>2.5%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal

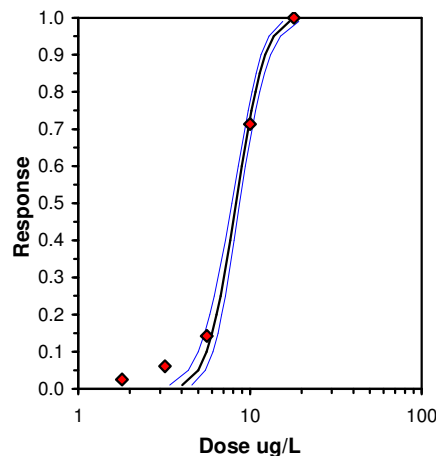
Start Date:	10/06/2020	Test ID:	Cu2+	Sample ID:	
End Date:	11/06/2020	Lab ID:		Sample Type:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas
Comments:					

Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.9200	0.8900	0.8700	0.8100	0.8400
1.8	0.8300	0.8200	0.8600			
3.2	0.8000	0.8100	0.8100			
5.6	0.7100	0.8000	0.7000			
10	0.2500	0.2500	0.2400			
18	0.0000	0.0000	0.0000			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							1-Tailed			Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD		
B-Control	0.8583	1.0000	1.1884	1.1198	1.2840	5.317	6				85	600
1.8	0.8367	0.9748	1.1553	1.1326	1.1873	2.469	3	1.116	2.655	0.0788	49	300
3.2	0.8067	0.9398	1.1156	1.1071	1.1198	0.653	3	2.453	2.655	0.0788	58	300
*5.6	0.7367	0.8583	1.0335	0.9912	1.1071	6.196	3	5.217	2.655	0.0788	79	300
*10	0.2467	0.2874	0.5197	0.5120	0.5236	1.292	3	22.516	2.655	0.0788	226	300
*18	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	38.332	2.655	0.0788	300	300
*32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	38.332	2.655	0.0788		

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.91017	0.884	0.76183	1.71688						
Equality of variance cannot be confirmed										
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	3.2	5.6	4.2332		0.05884	0.06836	0.89213	0.00176	3.4E-18	6, 17

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	7.462	0.61277	6.26096	8.66303	0.14167	4.62083	7.81473	0.2	0.919	0.13401	8
Intercept	-1.8576	0.59792	-3.0295	-0.6857							
TSCR	0.16175	0.01061	0.14095	0.18256							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	4.04802	3.41187	4.59028							
EC05	3.355	4.99541	4.37341	5.51476							
EC10	3.718	5.58803	4.98908	6.08541							
EC15	3.964	6.02708	5.45039	6.50621							
EC20	4.158	6.40051	5.84518	6.86374							
EC25	4.326	6.73926	6.20449	7.18852							
EC40	4.747	7.67451	7.19567	8.09381							
EC50	5.000	8.29855	7.84872	8.71233							
EC60	5.253	8.97333	8.5386	9.40277							
EC75	5.674	10.2186	9.74995	10.7527							
EC80	5.842	10.7594	10.2511	11.3694							
EC85	6.036	11.4261	10.8519	12.1508							
EC90	6.282	12.3238	11.6383	13.2332							
EC95	6.645	13.7858	12.88	15.0524							
EC99	7.326	17.0122	15.5159	19.2423							



**ANNEXE 4 : RESULTATS D'ANALYSES POUR LES ECHANTILLONS
DE LA CAMPAGNE DE JUIN 2020 ECLUSE**

CREOCEAN
Monsieur Christophe DONNARD

4 Rue Viviani – CS 26220

44262 NANTES CEDEX 2

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E10064

Version du : 12/08/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Date de réception technique : 26/06/2020

Première date de réception physique : 26/06/2020

Référence Dossier : sédiments marins Ecluse ST Malo

Coordinateur de Projets Clients : Alexandra Scherrer / AlexandraScherrer@eurofins.com / +33 388025186

N° Ech	Matrice		Référence échantillon
001	Sédiments	(SED)	Em11a
002	Sédiments	(SED)	Em11b
003	Sédiments	(SED)	Em11m

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E100064

Version du : 12/08/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Date de réception technique : 26/06/2020

Première date de réception physique : 26/06/2020

Référence Dossier : sediments marins Ecluse ST Malo

N° Echantillon	001	002	003
Référence client :	Em11a	Em11b	Em11m
Matrice :	SED	SED	SED
Date de prélèvement :	24/06/2020	24/06/2020	24/06/2020
Date de début d'analyse :	07/07/2020	07/07/2020	01/07/2020
Température de l'air de l'enceinte :	7.5°C	7.5°C	7.5°C

Préparation Physico-Chimique

XXS06 : Séchage à 40°C	*	-	*	-
LSA07 : Matière sèche	% P.B.	* 69.1	* 64.9	
XXS07 : Refus Pondéral à 2 mm	% P.B.	* 30.7	* 44.6	
LKX80 : Mise en solution KCl		-	-	

Mesures physiques

LS08F : Granulométrie laser à pas variable (0 à 2000 µm) - Tranches : 2 / 20 / 63 / 200 / 2000 µm				
Pourcentage cumulé 0.02µm à 2µm	%	* Cf détail ci-joint	* Cf détail ci-joint	
Pourcentage cumulé 0.02µm à 20µm	%	* Cf détail ci-joint	* Cf détail ci-joint	
Pourcentage cumulé 0.02µm à 63µm	%	* Cf détail ci-joint	* Cf détail ci-joint	
Pourcentage cumulé 0.02µm à 200µm	%	* Cf détail ci-joint	* Cf détail ci-joint	
Pourcentage cumulé 0.02µm à 2000µm	%	* Cf détail ci-joint	* Cf détail ci-joint	
LS918 : Masse volumique sur échantillon brut	g/cm³	1.89	1.34	
LS995 : Perte au feu à 550°C	% MS	4.53	2.65	

Analyses immédiates

LSL4H : pH H2O				
pH extrait à l'eau		9.0	9.1	
Température de mesure du pH	°C	22	22	

Indices de pollution

LS904 : Mise en solution (Lixiviation 1 heure) - L/S = 10		Fait	Fait	
LS1MD : Nitrate soluble (NO3)	mg/kg M.S.	45.2	<20.0	
LS1ME : Nitrite soluble (NO2)	mg/kg M.S.	<20.0	<20.0	
LS916 : Azote Kjeldahl (NTK)	g/kg M.S.	* 1.6	* 1.6	

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E100064

Version du : 12/08/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Date de réception technique : 26/06/2020

Première date de réception physique : 26/06/2020

Référence Dossier : sediments marins Ecluse ST Malo

N° Echantillon	001	002	003
Référence client :	Em11a	Em11b	Em11m
Matrice :	SED	SED	SED
Date de prélèvement :	24/06/2020	24/06/2020	24/06/2020
Date de début d'analyse :	07/07/2020	07/07/2020	01/07/2020
Température de l'air de l'enceinte :	7.5°C	7.5°C	7.5°C

Indices de pollution

LS914 : Rapport COT/NTK		12.5	11.0
LS913 : Calcul de l'azote global (NO2+NO3+NTK)	g/kg M.S.	1.61	1.60
LS1Z8 : Ammonium extrait au KCL (NH4)	mg NH4/kg M.S.	128	37.7
LSSKM : Carbone organique total (COT) par combustion sèche (Sédiments)			
Carbone Organique Total par Combustion	mg/kg M.S.	* 20300	* 17400
Coefficient de variation (CV)	%		* 10.2

Métaux

XXS01 : Minéralisation eau régale - Bloc chauffant		* -	* -
LS865 : Arsenic (As)	mg/kg M.S.	* 15.6	* 9.58
LS869 : Bore (B)	mg/kg M.S.	* 47.9	* 42.2
LS871 : Calcium (Ca)	mg/kg M.S.	142000	196000
LS873 : Cobalt (Co)	mg/kg M.S.	6.20	4.25
LS874 : Cuivre (Cu)	mg/kg M.S.	* 121	* 122
LS876 : Fer (Fe)	mg/kg M.S.	* 25700	* 15400
LS878 : Magnésium (Mg)	mg/kg M.S.	10300	9640
LS879 : Manganèse (Mn)	mg/kg M.S.	* 240	* 153
LS880 : Molybdène (Mo)	mg/kg M.S.	* 5.58	* 3.30
LS881 : Nickel (Ni)	mg/kg M.S.	* 22.1	* 12.5
LS882 : Phosphore (P)	mg/kg M.S.	* 1550	* 1610
LS883 : Plomb (Pb)	mg/kg M.S.	* 59.4	* 54.6
LS894 : Zinc (Zn)	mg/kg M.S.	* 345	* 324
LSA09 : Mercuré (Hg)	mg/kg M.S.	* 187	* 4.16

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E100064

Version du : 12/08/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Date de réception technique : 26/06/2020

Première date de réception physique : 26/06/2020

Référence Dossier : sediments marins Ecluse ST Malo

N° Echantillon	001	002	003
Référence client :	Em11a	Em11b	Em11m
Matrice :	SED	SED	SED
Date de prélèvement :	24/06/2020	24/06/2020	24/06/2020
Date de début d'analyse :	07/07/2020	07/07/2020	01/07/2020
Température de l'air de l'enceinte :	7.5°C	7.5°C	7.5°C

Métaux

LS931 : Cadmium (Cd)	mg/kg M.S.	*	1.25	*	0.98
LS934 : Chrome (Cr)	mg/kg M.S.	*	44.5	*	26.8
LSA6B : Phosphore total (P2O5)	mg/kg M.S.		3540		3700

Hydrocarbures totaux

LS919 : Hydrocarbures totaux (4 tranches) (C10-C40)					
Indice Hydrocarbures (C10-C40)	mg/kg M.S.	*	325	*	54.9
HCT (nC10 - nC16) (Calcul)	mg/kg M.S.		9.80		4.41
HCT (>nC16 - nC22) (Calcul)	mg/kg M.S.		43.6		10.4
HCT (>nC22 - nC30) (Calcul)	mg/kg M.S.		118		18.6
HCT (>nC30 - nC40) (Calcul)	mg/kg M.S.		153		21.5

Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)

LSA33 : Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (16 HAPs)					
Naphtalène	mg/kg M.S.	*	0.036	*	0.06
Acénaphthylène	mg/kg M.S.	*	0.019	*	0.017
Acénaphthène	mg/kg M.S.	*	0.061	*	0.1
Fluorène	mg/kg M.S.	*	0.061	*	0.087
Phénanthrène	mg/kg M.S.	*	0.36	*	0.32
Anthracène	mg/kg M.S.	*	0.11	*	0.1
Fluoranthène	mg/kg M.S.	*	0.66	*	0.45
Pyrène	mg/kg M.S.	*	0.5	*	0.41
Benzo-(a)-anthracène	mg/kg M.S.	*	0.36	*	0.22
Chrysène	mg/kg M.S.	*	0.41	*	0.24
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg M.S.	*	0.68	*	0.36

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E100064

Version du : 12/08/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Date de réception technique : 26/06/2020

Première date de réception physique : 26/06/2020

Référence Dossier : sediments marins Ecluse ST Malo

N° Echantillon	001	002	003
Référence client :	Em11a	Em11b	Em11m
Matrice :	SED	SED	SED
Date de prélèvement :	24/06/2020	24/06/2020	24/06/2020
Date de début d'analyse :	07/07/2020	07/07/2020	01/07/2020
Température de l'air de l'enceinte :	7.5°C	7.5°C	7.5°C

Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs)

 LSA33 : **Hydrocarbures Aromatiques**
Polycycliques (16 HAPs)

	001	002	003
Benzo(k)fluoranthène	mg/kg M.S. * 0.29	mg/kg M.S. * 0.13	
Benzo(a)pyrène	mg/kg M.S. * 0.61	mg/kg M.S. * 0.33	
Dibenzo(a,h)anthracène	mg/kg M.S. * 0.17	mg/kg M.S. * 0.089	
Benzo(ghi)Pérylène	mg/kg M.S. * 0.37	mg/kg M.S. * 0.2	
Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	mg/kg M.S. * 0.35	mg/kg M.S. * 0.18	
Somme des HAP	mg/kg M.S. 5.0	mg/kg M.S. 3.3	

Polychlorobiphényles (PCBs)

 LSA42 : **PCB congénères réglementaires (7)**

	001	002	003
PCB 28	mg/kg M.S. * <0.001	mg/kg M.S. * <0.001	
PCB 52	mg/kg M.S. * 0.0026	mg/kg M.S. * 0.0078	
PCB 101	mg/kg M.S. * 0.0027	mg/kg M.S. * 0.026	
PCB 118	mg/kg M.S. * 0.0031	mg/kg M.S. * 0.02	
PCB 138	mg/kg M.S. * 0.0049	mg/kg M.S. * 0.055	
PCB 153	mg/kg M.S. * 0.0059	mg/kg M.S. * 0.057	
PCB 180	mg/kg M.S. * 0.0045	mg/kg M.S. * 0.033	
SOMME PCB (7)	mg/kg M.S. 0.024	mg/kg M.S. 0.2	

Composés Volatils

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

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E100064

Version du : 12/08/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Date de réception technique : 26/06/2020

Première date de réception physique : 26/06/2020

Référence Dossier : sediments marins Ecluse ST Malo

N° Echantillon	001	002	003
Référence client :	Em11a	Em11b	Em11m
Matrice :	SED	SED	SED
Date de prélèvement :	24/06/2020	24/06/2020	24/06/2020
Date de début d'analyse :	07/07/2020	07/07/2020	01/07/2020
Température de l'air de l'enceinte :	7.5°C	7.5°C	7.5°C

Organoétains

LS2GK : Dibutylétain cation-Sn (DBT)	µg Sn/kg M.S.	72	*	50
LS2GL : Tributylétain cation-Sn (TBT)	µg Sn/kg M.S.	390	*	130
LS2IK : Monobutylétain cation-Sn (MBT)	µg Sn/kg M.S.	27	*	25

Lixiviation

LSA36 : Lixiviation 1x24 heures			
Lixiviation 1x24 heures		Fait	Fait
Refus pondéral à 4 mm	% P.B.	1.0	11.3
XXS4D : Pesée échantillon lixiviation			
Volume	ml	950	950
Masse	g	94.9	94.7

Analyses immédiates sur éluat

LSQ13 : Mesure du pH sur éluat			
pH (Potentiel d'Hydrogène)		8.8	8.7
Température de mesure du pH	°C	20	21
LSQ02 : Conductivité à 25°C sur éluat			
Conductivité corrigée automatiquement à 25°C	µS/cm	3710	3450
Température de mesure de la conductivité	°C	20.1	20.5
LSM46 : Résidu sec à 105°C (Fraction soluble) sur éluat			
Résidus secs à 105 °C	mg/kg M.S.	21400	23600
Résidus secs à 105°C (calcul)	% MS	2.1	2.4

Indices de pollution sur éluat

LSM68 : Carbone Organique par oxydation (COT) sur éluat	mg/kg M.S.	160	170
----------------------------------------------------------------	------------	-----	-----

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E100064

Version du : 12/08/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Date de réception technique : 26/06/2020

Première date de réception physique : 26/06/2020

Référence Dossier : sediments marins Ecluse ST Malo

N° Echantillon	001	002	003
Référence client :	Em11a	Em11b	Em11m
Matrice :	SED	SED	SED
Date de prélèvement :	24/06/2020	24/06/2020	24/06/2020
Date de début d'analyse :	07/07/2020	07/07/2020	01/07/2020
Température de l'air de l'enceinte :	7.5°C	7.5°C	7.5°C

Indices de pollution sur éluat

LS04Y : Chlorures sur éluat	mg/kg M.S.	10700	9830
LSN71 : Fluorures sur éluat	mg/kg M.S.	9.83	7.69
LS04Z : Sulfate (SO4) sur éluat	mg/kg M.S.	885	2190
LS0BS : Chrome VI sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20	<0.20
LSM90 : Indice phénol sur éluat	mg/kg M.S.	<0.50	<0.50

Métaux sur éluat

LSM04 : Arsenic (As) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20	<0.20
LSM05 : Baryum (Ba) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	0.48
LSM11 : Chrome (Cr) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	<0.10
LSM13 : Cuivre (Cu) sur éluat	mg/kg M.S.	0.24	0.38
LSM19 : Molybdène (Mo) sur éluat	mg/kg M.S.	0.75	0.36
LSM20 : Nickel (Ni) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	<0.10
LSM22 : Plomb (Pb) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.10	0.22
LSM35 : Zinc (Zn) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.20	<0.20
LS04W : Mercure (Hg) sur éluat	mg/kg M.S.	0.004	<0.001
LSM97 : Antimoine (Sb) sur éluat	mg/kg M.S.	0.022	0.026
LSN05 : Cadmium (Cd) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.002	<0.002
LSN41 : Sélénium (Se) sur éluat	mg/kg M.S.	<0.01	<0.01

Sous-traitance | Eurofins Ecotoxicologie France

IY031 : Tamissage, centrifugation	g/kg		voir rapport joint
IY00H : Lixiviation			voir rapport joint
IY00Q : Test Microtox sur éluat			
Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min)	% (CE 50)		voir rapport joint

RAPPORT D'ANALYSE
Dossier N° : 20E100064

Version du : 12/08/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Date de réception technique : 26/06/2020

Première date de réception physique : 26/06/2020

Référence Dossier : sediments marins Ecluse ST Malo

N° Echantillon	001	002	003
Référence client :	Em11a	Em11b	Em11m
Matrice :	SED	SED	SED
Date de prélèvement :	24/06/2020	24/06/2020	24/06/2020
Date de début d'analyse :	07/07/2020	07/07/2020	01/07/2020
Température de l'air de l'enceinte :	7.5°C	7.5°C	7.5°C

Sous-traitance | Eurofins Ecotoxicologie France

IY00Q : Test Microtox sur éluat			
Inhibition Luminescence de <i>V. fischeri</i> (30min)	% (CE 50)		voir rapport joint
Inhibition Luminescence de <i>V. fischeri</i> (5min)	% (CE 50)		voir rapport joint
IY005 : Test sur embryon de bivalve - Huitres	g/kg M.S.		voir rapport joint
IX00A : Test Brachionus			
Brachionus calyciflorus CE20/48h	% (CE 20)		voir rapport joint
Brachionus calyciflorus CE50/48h	% (CE 50)		voir rapport joint
IX248 : Test plantes émergence et croissance - 1 semence	% (CE 50)		voir rapport joint
D : détecté / ND : non détecté			
z2 ou (2) : zone de contrôle des supports			

Observations	N° Ech	Réf client
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'Arrêté du 27 octobre 2011, la valeur retenue pour le calcul de la somme Somme des BTEX pour le(s) paramètre(s) Toluène, o-Xylène, m+p-Xylène est LQ labo/2	(001) (002)	Em11a / Em11b /
Du fait d'une LQ labo supérieure à la LQ réglementaire définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'Arrêté du 27 octobre 2011, la valeur retenue pour le calcul de la somme SOMME PCB (7) pour le(s) paramètre(s) PCB 28 est LQ labo/2	(001) (002)	Em11a / Em11b /
Lixiviation : Conformément aux exigences de la norme NF EN 12457-2, votre échantillonnage n'a pas permis de fournir les 2kg requis au laboratoire.	(001) (002)	Em11a / Em11b /
Lixiviation : La nature de l'échantillon rend la filtration difficile. Certains résultats sont susceptibles d'être sur-estimés	(002)	Em11b

RAPPORT D'ANALYSE

Dossier N° : 20E100064

Version du : 12/08/2020

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Date de réception technique : 26/06/2020

Première date de réception physique : 26/06/2020

Référence Dossier : sediments marins Ecluse ST Malo


Aurélie RODERMANN
 Coordinateur Projets Clients

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 14 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai. Les résultats et conclusions éventuelles s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. Les données transmises par le client pouvant affecter la validité des résultats, ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *.

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

L'information relative au seuil de détection d'un paramètre n'est pas couverte par l'accréditation Cofrac.

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

Tous les éléments de traçabilité et incertitude sont disponibles sur demande.

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

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

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

Laboratoire agréé par le ministre chargé des installations classées conformément à l'arrêté du 11 Mars 2010. Mention des types d'analyses pour lesquels l'agrément a été délivré sur : www.eurofins.fr ou disponible sur demande.

Le résultat d'une somme de paramètres est soumis à une méthodologie spécifique développée par notre laboratoire. Celle-ci peut dépendre de la LQ réglementaire du ou des paramètres sommés. Pour les matrices Eaux résiduaires, Eaux douces et Sédiments, elle est définie au sein de l'avis en vigueur de l'Arrêté du 27 octobre 2011, portant les modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau. Pour la matrice d'Eau de Consommation, elle est définie selon l'Arrêté du 11 janvier 2019 modifiant l'arrêté du 5 juillet 2016 relatif aux conditions d'agrément des laboratoires pour la réalisation des prélèvements et des analyses du contrôle sanitaire des eaux et l'arrêté du 19 octobre 2017 relatif aux méthodes d'analyse utilisées dans le cadre du contrôle sanitaire des eaux. Pour plus d'informations, n'hésitez pas à contacter votre chargé d'affaires ou votre coordinateur de projet client.

Annexe technique

Dossier N° : 20E100064

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
IX00A	Test Brachionus Brachionus calyciflorus CE20/48h Brachionus calyciflorus CE50/48h	Technique [Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus calyciflorus en 48 h] - NF ISO 20666		% (CE 20) % (CE 50)	Prestation soustraite à EUROFINS ECOTOXICOLOGIE FRANCE
IX248	Test plantes émergence et croissance - 1 semence	Technique [Détermination des effets des polluants sur la flore du sol] - NF ISO 11269-2		% (CE 50)	
IY005	Test sur embryon de bivalve - Huitres	Technique - NF ISO 17244		g/kg M.S.	Eurofins Analyse pour l'Environnement France
IY00H	Lixiviation	Lixiviation - NF EN 12457-2			
IY00Q	Test Microtox sur éluat Inhibition Luminescence de V. fischeri (15min) Inhibition Luminescence de V. fischeri (30min) Inhibition Luminescence de V. fischeri (5min)	Technique [Essais de toxicité aigue sur bactéries luminescentes] - NF EN ISO 11348-3		% (CE 50) % (CE 50) % (CE 50)	
IY031	Tamassage, centrifugation	Technique -		g/kg	
LKX80	Mise en solution KCl				Eurofins Analyse pour l'Environnement France
LS04W	Mercurure (Hg) sur éluat	ICP/MS - NF EN ISO 17294-2 - NF EN 16192	0.001	mg/kg M.S.	
LS04Y	Chlorures sur éluat	Spectrophotométrie (UV/VIS) [Spectrométrie visible automatisée] - NF EN 16192 - NF ISO 15923-1	10	mg/kg M.S.	
LS04Z	Sulfate (SO4) sur éluat		50	mg/kg M.S.	
LS08F	Granulométrie laser à pas variable (0 à 2 000 µm) - Tranches : 2 / 20 / 63 / 200 / 2000 µm Pourcentage cumulé 0.02µm à 2µm Pourcentage cumulé 0.02µm à 20µm Pourcentage cumulé 0.02µm à 63µm Pourcentage cumulé 0.02µm à 200µm Pourcentage cumulé 0.02µm à 2000µm	Spectroscopie (Diffraction laser) - Méthode interne		% % % % %	
LS0BS	Chrome VI sur éluat	Spectrophotométrie (UV/VIS) [Spectrophotométrie visible automatisée] - NF EN 16192 - Méthode interne	0.2	mg/kg M.S.	
LS0IK	Somme des BTEX	Calcul - Calcul		mg/kg M.S.	
LS0XU	Benzène	HS - GC/MS [Extraction méthanolique] - NF EN ISO 22155 (sol) Méthode interne (boue,séd)	0.1	mg/kg M.S.	
LS0XW	Ethylbenzène		0.2	mg/kg M.S.	
LS0Y4	Toluène		0.2	mg/kg M.S.	
LS0Y5	m+p-Xylène		0.2	mg/kg M.S.	
LS0Y6	o-Xylène		0.2	mg/kg M.S.	
LS1MD	Nitrate soluble (NO3)	Spectrophotométrie (UV/VIS) - NF ISO 15923-1	20	mg/kg M.S.	
LS1ME	Nitrite soluble (NO2)		20	mg/kg M.S.	
LS1Z8	Ammonium extrait au KCL (NH4)	Titrimétrie [Distillation] - Méthode interne selon NFT 90-015-1	20	mg NH4/kg M.S.	

Annexe technique

Dossier N° : 20E100064

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LS2GK	Dibutylétain cation-Sn (DBT)	GC/MS/MS [Dérivation, extraction Solide/Liquide] - XP T 90-250	2	µg Sn/kg M.S.	
LS2GL	Tributylétain cation-Sn (TBT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS2IK	Monobutylétain cation-Sn (MBT)		2	µg Sn/kg M.S.	
LS865	Arsenic (As)	ICP/AES [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN ISO 11885 - NF EN 13346 Méthode B - Décembre 2000 (Norme abrog)	1	mg/kg M.S.	
LS869	Bore (B)		5	mg/kg M.S.	
LS871	Calcium (Ca)		50	mg/kg M.S.	
LS873	Cobalt (Co)		1	mg/kg M.S.	
LS874	Cuivre (Cu)		5	mg/kg M.S.	
LS876	Fer (Fe)		5	mg/kg M.S.	
LS878	Magnésium (Mg)		5	mg/kg M.S.	
LS879	Manganèse (Mn)		1	mg/kg M.S.	
LS880	Molybdène (Mo)		1	mg/kg M.S.	
LS881	Nickel (Ni)		1	mg/kg M.S.	
LS882	Phosphore (P)		1	mg/kg M.S.	
LS883	Plomb (Pb)		5	mg/kg M.S.	
LS894	Zinc (Zn)		5	mg/kg M.S.	
LS904	Mise en solution (Lixiviation 1 heure) - L/S = 10	Lixiviation - Méthode interne			
LS913	Calcul de l'azote global (NO ₂ +NO ₃ +NTK)	Calcul - Calcul		g/kg M.S.	
LS914	Rapport COT/NTK				
LS916	Azote Kjeldahl (NTK)	Volumétrie [Minéralisation] - NF EN 13342 - Méthode interne (Sols)	0.5	g/kg M.S.	
LS918	Masse volumique sur échantillon brut	Gravimétrie - Méthode interne		g/cm ³	
LS919	Hydrocarbures totaux (4 tranches) (C10-C40) Indice Hydrocarbures (C10-C40) HCT (nC10 - nC16) (Calcul) HCT (>nC16 - nC22) (Calcul) HCT (>nC22 - nC30) (Calcul) HCT (>nC30 - nC40) (Calcul)	GC/FID [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN ISO 16703 (Sols) - NF EN 14039 (Boue, Sédiments)	15	mg/kg M.S.	
	mg/kg M.S.				
	mg/kg M.S.				
	mg/kg M.S.				
	mg/kg M.S.				
LS931	Cadmium (Cd)	ICP/MS [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN ISO 17294-2 - NF EN 13346 Méthode B - Décembre 2000 (Norme abrog)	0.1	mg/kg M.S.	
LS934	Chrome (Cr)		0.1	mg/kg M.S.	
LS995	Perte au feu à 550°C	Gravimétrie - NF EN 12879 (annulée)	0.1	% MS	
LSA07	Matière sèche	Gravimétrie - NF EN 12880	0.1	% P.B.	
LSA09	Mercure (Hg)	SFA / vapeurs froides (CV-AAS) [Minéralisation à l'eau régale] - NF EN 13346 Méthode B - Décembre 2000 (Norme abrog - NF ISO 16772 (Sol) - Méthode interne (Hors Sols)	0.1	mg/kg M.S.	

Annexe technique

Dossier N° : 20E100064

N° de rapport d'analyse :AR-20-LK-142266-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LSA33	Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (16 HAPs)	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF ISO 18287 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)			
	Naphtalène		0.002	mg/kg M.S.	
	Acénaphthylène		0.002	mg/kg M.S.	
	Acénaphtène		0.002	mg/kg M.S.	
	Fluorène		0.002	mg/kg M.S.	
	Phénanthrène		0.002	mg/kg M.S.	
	Anthracène		0.002	mg/kg M.S.	
	Fluoranthène		0.002	mg/kg M.S.	
	Pyrène		0.002	mg/kg M.S.	
	Benzo-(a)-anthracène		0.002	mg/kg M.S.	
	Chrysène		0.002	mg/kg M.S.	
	Benzo(b)fluoranthène		0.002	mg/kg M.S.	
	Benzo(k)fluoranthène		0.002	mg/kg M.S.	
	Benzo(a)pyrène		0.002	mg/kg M.S.	
	Dibenzo(a,h)anthracène		0.002	mg/kg M.S.	
	Benzo(ghi)Pérylène		0.002	mg/kg M.S.	
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène		0.002	mg/kg M.S.	
	Somme des HAP			mg/kg M.S.	
LSA36	Lixiviation 1x24 heures	Lixiviation [Ratio L/S = 10 l/kg - Broyage par concasseur à mâchoires] - NF EN 12457-2			
	Lixiviation 1x24 heures Refus pondéral à 4 mm		0.1	% P.B.	
LSA42	PCB congénères réglementaires (7)	GC/MS/MS [Extraction Hexane / Acétone] - NF EN 16167 (Sols) - XP X 33-012 (boue, sédiment)			
	PCB 28		0.001	mg/kg M.S.	
	PCB 52		0.001	mg/kg M.S.	
	PCB 101		0.001	mg/kg M.S.	
	PCB 118		0.001	mg/kg M.S.	
	PCB 138		0.001	mg/kg M.S.	
	PCB 153		0.001	mg/kg M.S.	
	PCB 180		0.001	mg/kg M.S.	
	SOMME PCB (7)			mg/kg M.S.	
LSA6B	Phosphore total (P2O5)	Calcul - Calcul		mg/kg M.S.	
LSL4H	pH H2O	Potentiométrie - Ad. NF ISO 10390 (SED) NF EN 12176 (abrogée,BOU)			
	pH extrait à l'eau Température de mesure du pH			°C	
LSM04	Arsenic (As) sur éluat	ICP/AES - NF EN ISO 11885 - NF EN 16192	0.2	mg/kg M.S.	
LSM05	Baryum (Ba) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM11	Chrome (Cr) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	

Annexe technique

Dossier N° : 20E100064

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet :

Référence commande :

Sédiments

Code	Analyse	Principe et référence de la méthode	LQI	Unité	Prestation réalisée sur le site de :
LSM13	Cuivre (Cu) sur éluat		0.2	mg/kg M.S.	
LSM19	Molybdène (Mo) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM20	Nickel (Ni) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM22	Plomb (Pb) sur éluat		0.1	mg/kg M.S.	
LSM35	Zinc (Zn) sur éluat		0.2	mg/kg M.S.	
LSM46	Résidu sec à 105°C (Fraction soluble) sur éluat Résidus secs à 105 °C Résidus secs à 105°C (calcul)	Gravimétrie - NF T 90-029 - NF EN 16192	2000 0.2	mg/kg M.S. % MS	
LSM68	Carbone Organique par oxydation (COT) sur éluat	Spectrophotométrie (IR) [Oxydation à chaud en milieu acide] - NF EN 16192 - NF EN 1484 (Sols) - Méthode interne (Hors Sols)	50	mg/kg M.S.	
LSM90	Indice phénol sur éluat	Flux continu - NF EN ISO 14402 (adaptée sur sédiment, boue) - NF EN 16192	0.5	mg/kg M.S.	
LSM97	Antimoine (Sb) sur éluat	ICP/MS - NF EN ISO 17294-2 - NF EN 16192	0.002	mg/kg M.S.	
LSN05	Cadmium (Cd) sur éluat		0.002	mg/kg M.S.	
LSN41	Sélénium (Se) sur éluat		0.01	mg/kg M.S.	
LSN71	Fluorures sur éluat	Electrométrie [Potentiometrie] - NF T 90-004 (adaptée sur sédiment, boue) - NF EN 16192	5	mg/kg M.S.	
LSQ02	Conductivité à 25°C sur éluat Conductivité corrigée automatiquement à 25°C Température de mesure de la conductivité	Potentiométrie [Méthode à la sonde] - NF EN 27888 - NF EN 16192		µS/cm °C	
LSQ13	Mesure du pH sur éluat pH (Potentiel d'Hydrogène) Température de mesure du pH	Potentiométrie - NF EN ISO 10523 - NF EN 16192		°C	
LSSKM	Carbone organique total (COT) par combustion sèche (Sédiments) Carbone Organique Total par Combustion Coefficient de variation (CV)	Combustion [sèche] - NF EN 15936 - Méthode B	1000	mg/kg M.S. %	
XXS01	Minéralisation eau régale - Bloc chauffant	Digestion acide -			
XXS06	Séchage à 40°C	Séchage [Le laboratoire travaillera sur la fraction <à 2mm de l'échantillon sauf demande explicite du client] -			
XXS07	Refus Pondéral à 2 mm	Tamisage [Le laboratoire travaillera sur la fraction <à 2mm de l'échantillon sauf demande explicite du client] -	1	% P.B.	
XXS4D	Pesée échantillon lixiviation Volume Masse	Gravimétrie -		ml g	

Annexe de traçabilité des échantillons

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

Dossier N° : 20E100064

N° de rapport d'analyse : AR-20-LK-142266-01

Emetteur :

Commande EOL :

Nom projet : sediments marins Ecluse ST Malo

Référence commande :

Sédiments

N° Ech	Référence Client	Date & Heure Prélèvement	Date de Réception Physique (1)	Date de Réception Technique (2)	Code-Barre	Nom Flacon
001	Em11a		26/06/2020	02/07/2020		
002	Em11b		26/06/2020	02/07/2020		
003	Em11m		26/06/2020	26/06/2020		

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

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

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

Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e100064-001 (SED) - Average

Opérateur :

FPEP

Date de l'analyse :

vendredi 10 juillet 2020 15:22:40

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

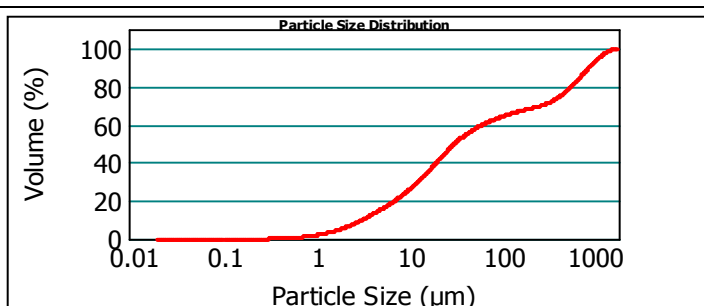
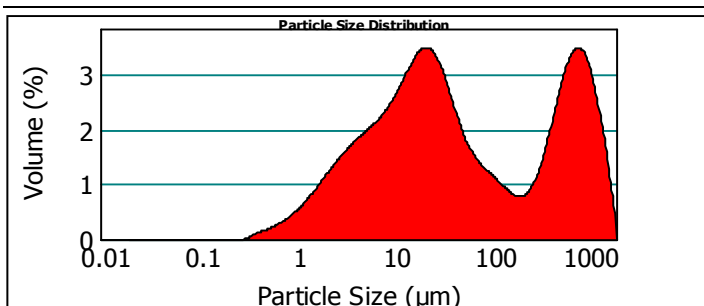
Surface spécifique : 0.669 m²/g **Moyenne :** 280.148 μm **Médiane :** 34.158 μm **Variance :** 184184.012 μm² **Ecart type :** 429.166 μm **Rapport moyenne/médiane :** 8.201 μm **Mode :** 813.972 μm

* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 5.23%
 Percentage between 0.02 μm and 20.00 μm : 38.21%
 Percentage between 0.02 μm and 63.00 μm : 59.14%
 Percentage between 0.02 μm and 200.00 μm : 67.75%
 Percentage between 0.02 μm and 2000.00 μm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 μm and 2.00 μm : 5.23%
 Percentage between 2.00 μm and 20.00 μm : 32.98%
 Percentage between 20.00 μm and 50.00 μm : 18.12%
 Percentage between 50.00 μm and 200.00 μm : 11.41%
Percentage between 20.00 μm and 63.00 μm : 20.92%
Percentage between 63.00 μm and 200.00 μm : 8.61%
 Percentage between 200.00 μm and 2000.00 μm : 32.25%



■ 20e100064-001 (SED) - Average

vendredi 10 juillet 2020 15:22:40

Size (μm)	Volume In %
0.020	1.68
1.000	3.56
2.000	1.81
2.500	4.81
4.000	9.12
8.000	

Size (μm)	Volume In %
8.000	3.50
10.000	7.49
15.000	1.35
16.000	4.92
20.000	9.13
30.000	

Size (μm)	Volume In %
30.000	5.57
40.000	3.43
50.000	2.80
63.000	4.24
100.000	2.81
150.000	

Size (μm)	Volume In %
150.000	1.56
200.000	1.17
250.000	1.16
300.000	2.72
400.000	3.21
500.000	

Size (μm)	Volume In %
500.000	3.39
600.000	6.32
800.000	2.69
900.000	2.33
1000.000	7.10
1500.000	

Size (μm)	Volume In %
1500.000	2.17
2000.000	

Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00
1.000	1.68
2.000	5.23
2.500	7.04
4.000	11.85

Size (μm)	Vol Under %
8.000	20.97
10.000	24.46
15.000	31.95
16.000	33.30
20.000	38.21

Size (μm)	Vol Under %
30.000	47.34
40.000	52.91
50.000	56.33
63.000	59.14
100.000	63.38

Size (μm)	Vol Under %
150.000	66.19
200.000	67.75
250.000	68.91
300.000	70.07
400.000	72.78

Size (μm)	Vol Under %
500.000	75.99
600.000	79.38
800.000	85.70
900.000	88.39
1000.000	90.73

Size (μm)	Vol Under %
1500.000	97.83
2000.000	100.00

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000

Durée d'analyse : 2 X 30 secondes

Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU
0.020 μm à 2000 μm

Indice de réfraction : 1.33

Logiciel : Malvern Application 5.60

Liquide : Water 800 mL

Modèle optique : Fraunhofer

Obscurisation : 12.23 %

Vitesse de la pompe : 3000 rpm

- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

Annexe au rapport d'analyse

LS08F : Granulométrie laser a pas variable

prestation réalisée sur le site de SAVERNE

NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488

Méthode interne T-PS-WO22915

Référence de l'échantillon (Matrice) :

20e100064-002 (SED) - Average

Opérateur :

FPEP

Date de l'analyse :

vendredi 10 juillet 2020 15:10:56

Résultat de la source :

Moyenne de 2 mesures

Données statistique

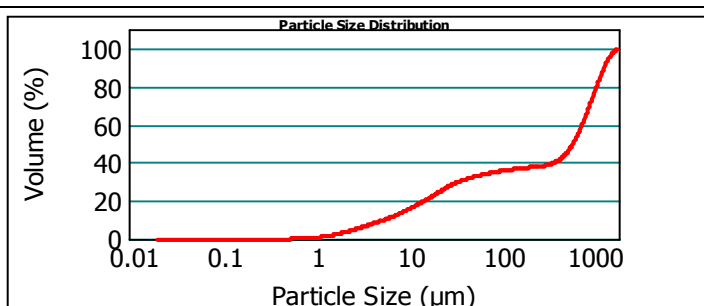
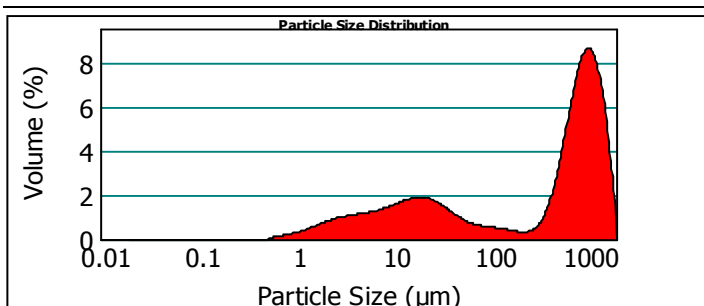
Surface spécifique : 0.371 m²/g **Moyenne :** 631.779 µm **Médiane :** 641.733 µm **Variance :** 313187.611 µm² **Ecart type :** 559.631 µm **Rapport moyenne/médiane :** 0.984 µm **Mode :** 1044.179 µm

* Pourcentages cumulés :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 2.94%
 Percentage between 0.02 µm and 20.00 µm : 22.90%
 Percentage between 0.02 µm and 63.00 µm : 33.28%
 Percentage between 0.02 µm and 200.00 µm : 37.21%
 Percentage between 0.02 µm and 2000.00 µm : 100.00%

Pourcentages relatifs :

Percentage between 0.02 µm and 2.00 µm : 2.94%
 Percentage between 2.00 µm and 20.00 µm : 19.96%
 Percentage between 20.00 µm and 50.00 µm : 9.11%
 Percentage between 50.00 µm and 200.00 µm : 5.20%
Percentage between 20.00 µm and 63.00 µm : 10.38%
Percentage between 63.00 µm and 200.00 µm : 3.93%
 Percentage between 200.00 µm and 2000.00 µm : 62.79%



■ 20e100064-002 (SED) - Average

vendredi 10 juillet 2020 15:10:56

Size (µm)	Volume In %
0.020	0.66
1.000	2.28
2.000	1.23
2.500	3.13
4.000	5.51
8.000	

Size (µm)	Volume In %
8.000	2.11
10.000	4.45
15.000	0.77
16.000	2.75
20.000	4.78
30.000	

Size (µm)	Volume In %
30.000	2.73
40.000	1.61
50.000	1.27
63.000	1.89
100.000	1.32
150.000	

Size (µm)	Volume In %
150.000	0.72
200.000	0.48
250.000	0.49
300.000	1.71
400.000	3.21
500.000	

Size (µm)	Volume In %
500.000	4.64
600.000	11.71
800.000	6.14
900.000	5.88
1000.000	21.10
1500.000	

Size (µm)	Volume In %
1500.000	7.43
2000.000	

Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00
1.000	0.66
2.000	2.94
2.500	4.17
4.000	7.30

Size (µm)	Vol Under %
8.000	12.81
10.000	14.92
15.000	19.37
16.000	20.15
20.000	22.90

Size (µm)	Vol Under %
30.000	27.68
40.000	30.40
50.000	32.01
63.000	33.28
100.000	35.17

Size (µm)	Vol Under %
150.000	36.49
200.000	37.21
250.000	37.69
300.000	38.18
400.000	39.89

Size (µm)	Vol Under %
500.000	43.11
600.000	47.75
800.000	59.45
900.000	65.59
1000.000	71.47

Size (µm)	Vol Under %
1500.000	92.57
2000.000	100.00

Paramètre d'analyse

Type d'instrument : Malvern Mastersizer 2000

Durée d'analyse : 2 X 30 secondes

Gamme de mesure : Préparateur Hydro MU
0.020 µm à 2000 µm

Indice de réfraction : 1.33

Logiciel : Malvern Application 5.60

Liquide : Water 800 mL

Modèle optique : Fraunhofer

Obscurisation : 6.70 %

Vitesse de la pompe : 3000 rpm

- L'alignement du laser est effectué avant chaque mesure

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

Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole *

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

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

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-20-IY-016720-01

Version du : 12/08/2020

Page 1/2

Dossier N° : 20G006193

Date de réception : 29/06/2020

Référence bon de commande : EUFRSA200098558

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
001	Sédiments	20E100064-003 / Em11m	

Prélèvement effectué par	Prélevé par vos soins	Date de réception	29/06/2020 11:19
Date prélèvement	24/06/2020	Début d'analyse	10/08/2020

Ecotoxicologie continentale

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

Ecotoxicologie marine

	Résultat	Unité
IY005 : Test sur embryon de bivalve - Huitres Prestation réalisée par nos soins	voir rapport joint	g/kg M.S.
Technique - NF ISO 17244		

Divers

	Résultat	Unité
IY031 : Tamisage, centrifugation Prestation réalisée par nos soins	voir rapport joint	g/kg
Technique -		



Eloise Renouf
Ingénieur Projets

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

Pour déclarer, ou non, la conformité à la spécification, il n'a pas été tenu explicitement compte de l'incertitude associée au résultat. Tous les éléments de traçabilité, ainsi que les incertitudes de mesure, sont disponibles sur demande.
Pour les résultats issus d'une sous-traitance, les rapports émis par des laboratoires accrédités sont disponibles sur demande.

Les données fournies par le client ne sauraient engager la responsabilité du laboratoire.

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

A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES POUR
L'ENVIRONNEMENT FRANCE SAS**

***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

20E100064-003

Rapport d'analyses n° 20G006193-001 version 1 du 10/08/2020

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 14 pages.

SOMMAIRE

I. OBJET DU RAPPORT	3
II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	3
III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	3
IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	3
IV.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	3
IV.2 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u> <u>GIGAS</u> , NF ISO 17244 - 2015).....	4
IV.2.1 Préparation des solutions.....	4
IV.2.2 Obtention des gamètes	4
IV.2.3 Réalisation des fécondations.....	5
IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.	5
IV.2.5 Obtention des résultats	5
V. RESULTATS	6
VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	7

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS

Adresse : 5, rue d'Otterswiller – F – 67700 Saverne

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 29 juin 2020 suivant commande n° EUFRSA200098558 du 26 juin 2020 de Eurofins Analyses pour l'Environnement France SAS pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

II. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé 20E100064-003 de siccité égale à 77 %.

Nom complet : 20E100064-003 PSV : Em11m.

Date de prélèvement : 24/06/20.

Date de réception : 29/06/2020.

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Ecotoxicologie France : 20G006193-001.

III. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 16-17/07/2020.

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (9160) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : “ concentration sans effet observé ” ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : “ concentration minimale avec effet observé ” ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

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

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

IV.2 Test de toxicité sur le développement embryo-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

IV.2.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 21/07/2020.

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 gMS/L (grammes de Matière Sèche par litre) et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 gMS/L qui est remplacée par 5,0 gMS/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le Cu^{2+} , sous forme de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4, 5\text{H}_2\text{O}$), est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

IV.2.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristallisateur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

IV.2.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

IV.2.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 µL pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

IV.2.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀: modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CMEO : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

V. RESULTATS

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 22/07/2020.

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	8,0	9,3	7,9	7,9
Salinité ‰	Méthode interne	33,3	1,3	28,9	30,4
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100	>100

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 23/07/2020.

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 gMS/L	Concentration la plus faible 1 gMS/L
pH	NF EN ISO 10523	8,1	8,0	8,0
Salinité ‰	Méthode interne	34,3	29,9	31,5
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	>100	>100	>100

Valeurs des descripteurs toxicologiques :

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	20E100064-003 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE₅₀	>10 gMS/L
			CSEO	10 gMS/L
			CME0	>10 gMS/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «20E100064-003»
 Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% (si calculable).

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 1,4 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VI. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 81,2 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 $\mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} : $\text{CE50 Cu}^{2+} = 9,9 \mu\text{g/L}$ (intervalle de confiance compris entre 6,7 et 12,8 $\mu\text{g/L}$; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 10/08/2020.

Eloïse Renouf, Ingénieur projets.



ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ ,6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ , 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ , 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ ,5H ₂ O	0,015
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	80	20	20.0%
3	84	16	16.0%
4	81	19	19.0%
5	80	20	20.0%
6	80	20	20.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.2</i>	<i>18.8</i>	<i>18.8%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 gMS/L	81	19	19.0%	0.2%
	82	18	18.0%	-1.0%
	80	20	20.0%	1.4%
<i>Moyenne</i>	<i>81.0</i>	<i>19.0</i>	<i>19.0%</i>	<i>0.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 gMS/L	80	20	20.0%	1.4%
	81	19	19.0%	0.2%
	79	21	21.0%	2.7%
<i>Moyenne</i>	<i>80.0</i>	<i>20.0</i>	<i>20.0%</i>	<i>1.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 gMS/L	81	19	19.0%	0.2%
	82	18	18.0%	-1.0%
	82	18	18.0%	-1.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.7</i>	<i>18.3</i>	<i>18.3%</i>	<i>-0.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 gMS/L	82	18	18.0%	-1.0%
	80	20	20.0%	1.4%
	80	20	20.0%	1.4%
<i>Moyenne</i>	<i>80.7</i>	<i>19.3</i>	<i>19.3%</i>	<i>0.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 gMS/L	80	20	20.0%	1.4%
	80	20	20.0%	1.4%
	81	19	19.0%	0.2%
<i>Moyenne</i>	<i>80.3</i>	<i>19.7</i>	<i>19.7%</i>	<i>1.0%</i>

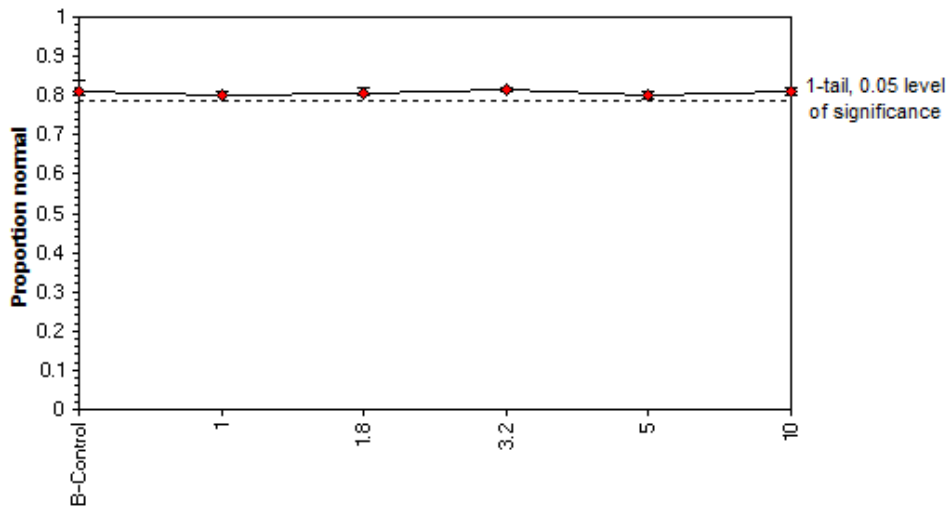
Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal					
Start Date:	22/07/2020	Test ID:	6193-001	Sample ID:	20E100064-003
End Date:	23/07/2020	Lab ID:		Sample Type:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas
Comments:					

Conc-gMS/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.8000	0.8400	0.8100	0.8000	0.8000
1	0.8000	0.8000	0.8100			
1.8	0.8200	0.8000	0.8000			
3.2	0.8100	0.8200	0.8200			
5	0.8000	0.8100	0.7900			
10	0.8100	0.8200	0.8000			

Conc-gMS/L	Transform: Arcsin Square Root						1-Tailed			
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD
B-Control	0.8117	1.0000	1.1222	1.1071	1.1593	1.856	6			
1	0.8033	0.9897	1.1114	1.1071	1.1198	0.656	3	1.009	2.602	0.0279
1.8	0.8067	0.9938	1.1156	1.1071	1.1326	1.320	3	0.609	2.602	0.0279
3.2	0.8167	1.0062	1.1284	1.1198	1.1326	0.659	3	-0.574	2.602	0.0279
5	0.8000	0.9856	1.1072	1.0948	1.1198	1.129	3	1.394	2.602	0.0279
10	0.8100	0.9979	1.1199	1.1071	1.1326	1.138	3	0.218	2.602	0.0279

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution ($p > 0.01$)	0.90846	0.873	1.11045	1.61072						
Bartlett's Test indicates equal variances ($p = 0.61$)	3.59615	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	10	>10			0.02231	0.02748	0.00019	0.00023	0.56002	5, 15

Dose-Response Plot



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	80	20	20.0%
3	84	16	16.0%
4	81	19	19.0%
5	80	20	20.0%
6	80	20	20.0%
<i>Moyenne</i>	<i>81.2</i>	<i>18.8</i>	<i>18.8%</i>

Témoins positifs (Cu²⁺)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
18µg/L	21	79	79.0%	74.1%
	19	81	81.0%	76.6%
	18	82	82.0%	77.8%
<i>Moyenne</i>	<i>19.3</i>	<i>80.7</i>	<i>80.7%</i>	<i>76.2%</i>

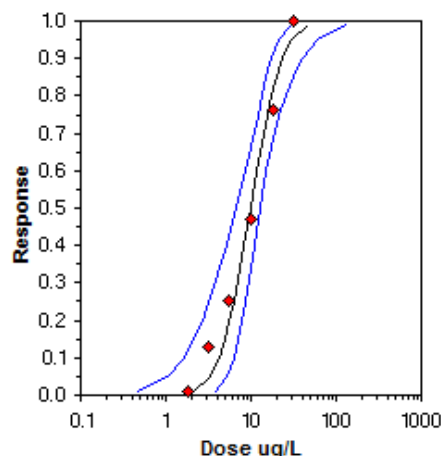
Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10µg/L	45	55	55.0%	44.6%
	40	60	60.0%	50.7%
	44	56	56.0%	45.8%
<i>Moyenne</i>	<i>43.0</i>	<i>57.0</i>	<i>57.0%</i>	<i>47.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5.6µg/L	61	39	39.0%	24.8%
	59	41	41.0%	27.3%
	62	38	38.0%	23.6%
<i>Moyenne</i>	<i>60.7</i>	<i>39.3</i>	<i>39.3%</i>	<i>25.3%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2µg/L	70	30	30.0%	13.8%
	71	29	29.0%	12.5%
	71	29	29.0%	12.5%
<i>Moyenne</i>	<i>70.7</i>	<i>29.3</i>	<i>29.3%</i>	<i>12.9%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8µg/L	80	20	20.0%	1.4%
	81	19	19.0%	0.2%
	80	20	20.0%	1.4%
<i>Moyenne</i>	<i>80.3</i>	<i>19.7</i>	<i>19.7%</i>	<i>1.0%</i>

Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal												
Start Date:	22/07/2020	Test ID:	Cu2+		Sample ID:							
End Date:	23/07/2020	Lab ID:			Sample Type:							
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015		Test Species:	CG-Crassostrea gigas						
Comments:												
Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6						
B-Control	0.8200	0.8000	0.8400	0.8100	0.8000	0.8000						
1.8	0.8000	0.8100	0.8000									
3.2	0.7000	0.7100	0.7100									
5.6	0.6100	0.5900	0.6200									
10	0.4500	0.4000	0.4400									
18	0.2100	0.1900	0.1800									
32	0.0000	0.0000	0.0000									
Transform: Arcsin Square Root												
Conc-ug/L	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
B-Control	0.8117	1.0000	1.1222	1.1071	1.1593	1.856	6				113	600
1.8	0.8033	0.9897	1.1114	1.1071	1.1198	0.656	3	0.892	2.655	0.0323	59	300
*3.2	0.7067	0.8706	0.9985	0.9912	1.0021	0.634	3	10.181	2.655	0.0323	88	300
*5.6	0.6067	0.7474	0.8929	0.8759	0.9066	1.749	3	18.866	2.655	0.0323	118	300
*10	0.4300	0.5298	0.7151	0.6847	0.7353	3.745	3	33.500	2.655	0.0323	171	300
*18	0.1933	0.2382	0.4551	0.4381	0.4760	4.233	3	54.898	2.655	0.0323	242	300
*32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3	88.230	2.655	0.0323	300	300
Auxiliary Tests								Statistic	Critical	Skew	Kurt	
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution (p > 0.01)								0.9749	0.884	0.37238	0.70075	
Equality of variance cannot be confirmed												
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)			NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test			1.8	3.2	2.4		0.02585	0.03184	0.52033	0.0003	8.8E-23	6, 17
Maximum Likelihood-Probit												
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter	
Slope	3.41888	0.53419	1.93573	4.90203	0.18833	22.2091	9.48773	1.8E-04	0.99618	0.29249	7	
Intercept	1.59419	0.59572	-0.0598	3.24817								
TSCR	0.20473	0.03095	0.11879	0.29068								
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits									
EC01	2.674	2.06888	0.47372	3.79255								
EC05	3.355	3.27391	1.05274	5.28702								
EC10	3.718	4.18149	1.60584	6.33326								
EC15	3.964	4.93203	2.13018	7.17043								
EC20	4.158	5.62351	2.66126	7.92966								
EC25	4.326	6.2935	3.21503	8.66147								
EC40	4.747	8.35745	5.11105	10.9582								
EC50	5.000	9.91234	6.6547	12.814								
EC60	5.253	11.7565	8.50027	15.2736								
EC75	5.674	15.612	12.0324	21.7017								
EC80	5.842	17.4721	13.5274	25.4724								
EC85	6.036	19.9217	15.3291	31.0561								
EC90	6.282	23.4975	17.7173	40.355								
EC95	6.645	30.0113	21.6138	60.445								
EC99	7.326	47.4917	30.618	132.19								
Significant heterogeneity detected (p = 1.82E-04)												



A l'attention de :

**EUROFINS ANALYSES
POUR L'ENVIRONNEMENT
(Saverne)**

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

« 20E100064-003 »

Rapport d'analyses n° 20FER6-0751 du 11/08/2020

SOMMAIRE

I.	PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	4
II.	VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE DES SEDIMENTS : CRITERE HP14*	4
III.	PREPARATION DES ELUATS.....	5
IV.	DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	5
IV.1	DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES	5
IV.2	TESTS DE TOXICITE REALISES SUR MATRICES LIQUIDES	5
IV.2.1	<i>Tests de toxicité aiguë.....</i>	<i>5</i>
IV.2.2	<i>Test de toxicité chronique.....</i>	<i>6</i>
IV.3	TESTS DE TOXICITE REALISES SUR SEDIMENTS CENTRIFUGES.....	7
IV.3.1	<i>Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance de semences par une matrice potentiellement polluée (NF EN ISO 11269-2, 2013)</i>	<i>7</i>
V.	DATES DES DIFFERENTES ETAPES.....	7
VI.	CARACTERISATION DU SEDIMENT	8
VI.1	ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES.....	8
VI.2	RESULTATS DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	8
VI.2.1	<i>- Résultats des essais d'écotoxicité sur éluats</i>	<i>8</i>
VI.2.2	<i>- Ecotoxicité de la matrice solide.....</i>	<i>11</i>
VII.	SYNTHESE DES RESULTATS.....	12
VIII.	CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	13
VIII.1	TEST <i>VIBRIO FISCHERI</i> :	13
VIII.2	TEST <i>BRACHIONUS</i> :	13
VIII.3	TEST PLANTES :	13

Liste des tableaux

Tableau 1 . Tableau récapitulatif en % (Volume/Volume) des résultats des tests biologiques réalisés sur les éluats.....	8
Tableau 2. Classement du sédiment sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë	9
Tableau 3 . Classement des sédiments sur la base des tests biologiques de toxicité chronique	10
Tableau 4. Tableau récapitulatif des résultats en % de matière sèche (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute	11
Tableau 5. Classement du sédiment sur la base des tests biologiques sur matrice brute	11
Tableau 6. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus	12

Liste des figures

Figure 1. Toxicité aiguë sur éluats.....	9
Figure 2. Toxicité chronique sur éluats.....	10
Figure 3 . Toxicité terrestre sur sédiment	11

I. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon de sédiment référencé « 20E100064-003 » réceptionné le 29 juin 2020.

Date de prélèvement : 24/06/2020.

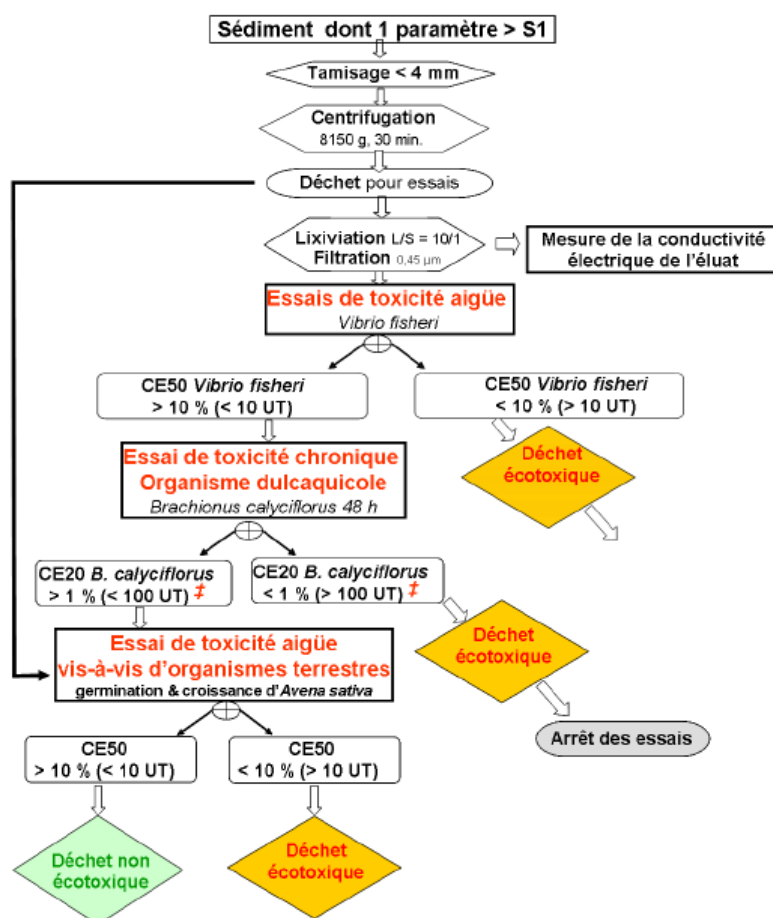
Référence Eurofins Ecotoxicologie France : 20G006193-001.

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

II. VERIFICATION DU CARACTERE ECOTOXIQUE DES SEDIMENTS : CRITERE HP14*

* anciennement appelé critère H14.

Les essais à réaliser sur chaque échantillon sont ceux proposés dans le rapport INERIS - DRC-15-149793-06416A réalisé pour le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE) – « Classification réglementaire des déchets - Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité » pour la mesure du paramètre HP14 sur les sédiments marins et continentaux (4 février 2016). La figure ci-dessous illustre le logigramme à appliquer. Suivant le déroulement de l'étude, certains échantillons pourront n'être soumis qu'à une partie des tests.



III. PREPARATION DES ELUATS

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

1. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
2. Agitation 24 heures, par retournement (5 à 10 tours/min),
3. Séparation par centrifugation 3000 t/min, 30 min,
4. Filtration de l'éluat à 0,45 µm sur filtre nylon.

IV. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

IV.1 Descripteurs toxicologiques

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

IV.2 Tests de toxicité réalisés sur matrices liquides

IV.2.1 Tests de toxicité aiguë

IV.2.1.1 Test d'inhibition de la luminescence de bactéries marines (*Vibrio fischeri* ou Microtox®, NF EN ISO 11348-3, 2009)

Ce test repose sur la détermination de l'inhibition de la luminescence émise par une bactérie marine *Vibrio fischeri* (anciennement *Photobacterium phosphoreum*). Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 5, 15 à 30 minutes inhibe 50 % de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par CE 50-t, t représentant le temps de contact des bactéries avec l'échantillon.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 2.

Organisme d'essai : *Vibrio fischeri* (NRRL B-11177).
Fournisseur de la souche lyophilisée : R-Biopharm.

Essai sur substances de référence réalisé à chaque série analytique comprenant au moins un essai définitif : - ZnSO₄, 7H₂O ou 3,5-dichlorophénol (C₆H₄OCl₂) ou K₂Cr₂O₇.

Méthode de calcul de la CE50 : logiciel Microtox-Omni.

IV.2.2 Test de toxicité chronique

IV.2.2.1 Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de *Brachionus calyciflorus* en 48 heures - Essai d'inhibition de la croissance de la population (NF ISO 20666, 2009)

De jeunes femelles *Brachionus calyciflorus* (*Monogota*, *Rotifera*), âgées de moins de 2 heures au début de l'essai, sont exposées individuellement pendant une période de 48 heures à une gamme de concentrations de l'échantillon.

En fin d'essai, le nombre de rotifères femelles est déterminé et, par comparaison avec le témoin, les pourcentages d'inhibition de la croissance de la population sont déterminés à chaque concentration.

Nombre de réplique par concentrations testées et témoins : 8.

Organisme d'essai : *Brachionus calyciflorus*

Fournisseur des sporocystes déshydratés : R-Biopharm.

Essai sur substance de référence réalisé une fois par mois : $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Méthode de calcul de la CE20 : modèle logistique basé sur l'équation de Hill (macro Regtox_ev6.6.2.xls).

IV.3 Tests de toxicité réalisés sur sédiments centrifugés

IV.3.1 Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance de semences par une matrice potentiellement polluée (NF EN ISO 11269-2, 2013)

Les échantillons de sédiment sont dilués avec le milieu ISO (mélange de 70 % de sable de Fontainebleau, 20 % de kaolinite et 10 % de sphaigne). Les différentes graines (monocotylédone : avoine – *Avena sativa*) sont plantées dans les dilutions.

L'essai se déroule en 2 étapes (nombre de graines semées par pot : 10) :

- un essai préliminaire de 7 jours qui permet d'étudier l'effet de différentes concentrations comprises entre 1 et 100 % d'échantillon (une réplique par concentrations testées et témoin),
- un essai définitif pour lequel une série de 5 dilutions est réalisée (en se plaçant aux bornes des dilutions pour lesquelles l'émergence passait de 0 à 100 % lors de l'essai préliminaire) – 4 répliques par concentrations testées et témoin.

L'émergence et la croissance des semences sont suivies quotidiennement lors de l'arrosage.

Après 7 jours, les graines germées sont comptabilisées dans les différentes dilutions pour déterminer l'effet sur la germination et le nombre de pousses est réduit à cinq.

Après 14 jours minimum et au maximum au bout de 21 jours après que 50 % des semis témoins ont émergés, la biomasse de chaque dilution est quantifiée par pesée.

Méthode de calcul des CE50 (germination et croissance) : modèle statistique Log-Probit ou par interpolation linéaire (logiciel Toxcalc).

Diamètre des pots : 9,5 cm.

Masse de sol par pot : de l'ordre de 250 grammes.

Type d'environnement : phytotron.

Cycle jour/nuit : 16 heures/8 heures.

Température : 22 °C +/- 1 °C (jour) / 18 °C +/- 1 °C (nuit).

Humidité relative : 70 %.

Type d'éclairage : tubes fluorescents « lumière du jour ».

Intensité de l'éclairage : environ 7 500 lux.

V. DATES DES DIFFERENTES ETAPES

Tamissage à 4 mm : 07/07/20.

Centrifugation : 07/07/20.

Lixiviation : 13-14/07/20.

Date des essais définitifs :

- Test *Vibrio fischeri* : 06/08/20 (échantillon congelé avant analyse).
- Test Brachionus : 22/07/20.
- Test plantes : 13/07/20.

VI. CARACTERISATION DU SEDIMENT

VI.1 Analyses physico-chimiques

Teneur en eau de l'échantillon brut : 23 %.

Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation : 23 %.

	pH	Oxygène dissous (mg/L)	Conductivité (μ S/cm)
Eaux interstitielles			pas d'eau interstitielle
Eluats	7,9	7,1	2760

VI.2 Résultats des tests biologiques de toxicité

VI.2.1 - Résultats des essais d'écotoxicité sur éluats

	Tests	Effet	Descripteur toxicologique	20E100064-003
Tests de toxicité aiguë	Microtox®	Inhibition de la luminescence	CE 50-5 min	non toxique à 80 %
			CE 50-15 min	non toxique à 80 %
			CE 50-30 min	non toxique à 80 %
Tests de toxicité chronique	Brachionus	Croissance de la population	CE 20-48h	Non toxique à 90 %

Tableau 1 . Tableau récapitulatif en % (Volume/Volume) des résultats des tests biologiques réalisés sur les éluats

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE50% et/ou CE20% (si calculable)

En gras : CE50% < 10 % et/ou CE20% < 1 %

VI.2.1.1 Résultats des essais de toxicité aiguë

Le tableau 2 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë réalisés sur les éluats, sur la base du seuil à 10 %.

	Classement sur la base du test Microtox®	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*
20E100064-003	-	-

+ « ombré » : classé comme dangereux pour l'environnement

- : classé comme non dangereux pour l'environnement

* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme écotoxique

Tableau 2. Classement du sédiment sur la base des tests biologiques de toxicité aiguë

La figure 1 présente la synthèse des résultats des tests de toxicité aiguë réalisés sur les éluats sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10 %.

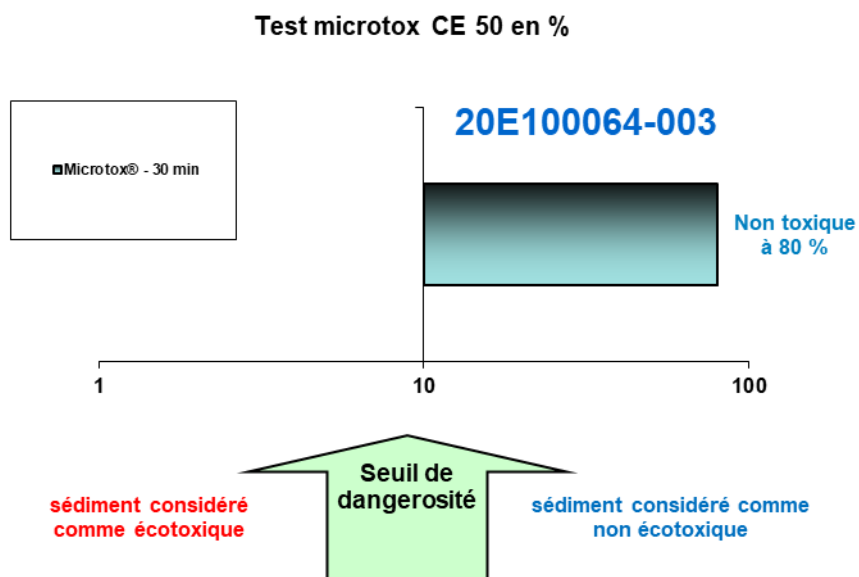


Figure 1. Toxicité aiguë sur éluats

VI.2.1.2 Résultats des essais de toxicité chronique

Le tableau 3 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité chronique sur la base du seuil à 1 %.

Sédiments	Classement sur la base du test Brachionus	Classement sur la base des essais de toxicité chronique
20E100064-003	-	-

+ « ombré » : classé comme dangereux pour l'environnement

- : classé comme non dangereux pour l'environnement

* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme écotoxique

Tableau 3 . Classement des sédiments sur la base des tests biologiques de toxicité chronique

La figure 2 présente sous forme d'histogramme la synthèse des résultats des tests de toxicité chronique sur la base du seuil à 1 %.

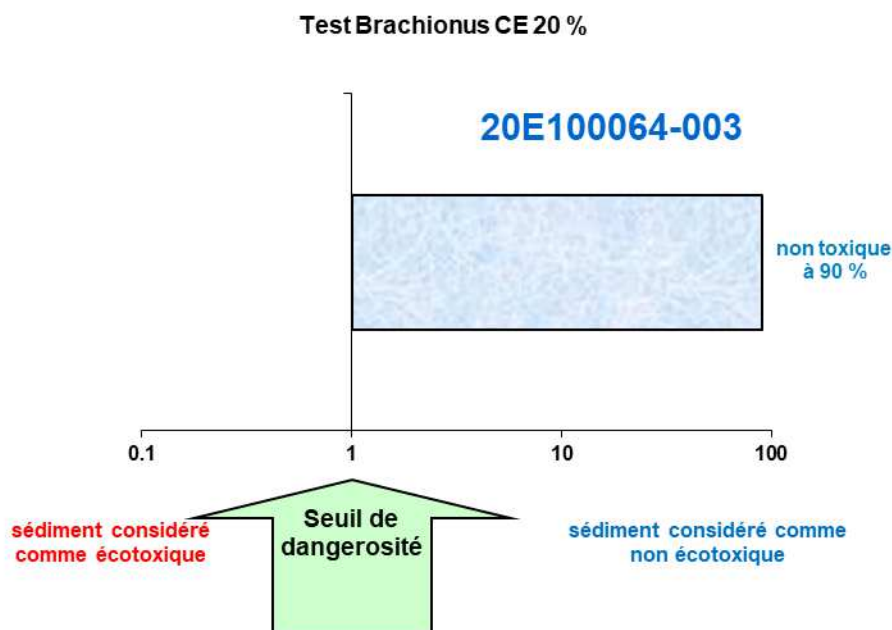


Figure 2. Toxicité chronique sur éluats

VI.2.2 - Ecotoxicité de la matrice solide

Remarque : 77 % d'échantillon en équivalent matière sèche correspond à 100 % d'échantillon brut pré-traité.

Tests	Effet	Descripteur toxicologique	20E100064-003
Avoine	Germination	CE 50	35,2 % de MS (25,8-42,0)
Avoine	Croissance	CE 50-21 jours	33,5 % de MS (30,2-35,7)

Tableau 4. Tableau récapitulatif des résultats en % de matière sèche (Masse/Masse) des tests biologiques réalisés sur la matrice brute

Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% de la CE50% (si calculable)

En gras : CE50% < 10

Le tableau 5 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice brute, en considérant le seuil de 10%.

Sédiment	Classement sur la base de l'émergence et de croissance de l'avoine (<i>Avena sativa</i>)	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*
20E100064-003	-	-

+ « ombré » : classé comme dangereux pour l'environnement

- : classé comme non dangereux pour l'environnement

* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme écotoxique

Tableau 5. Classement du sédiment sur la base des tests biologiques sur matrice brute

La figure 3 présente une synthèse des résultats des tests de toxicité réalisés sur la matrice solide sous forme d'histogramme, en considérant le seuil de 10 %.

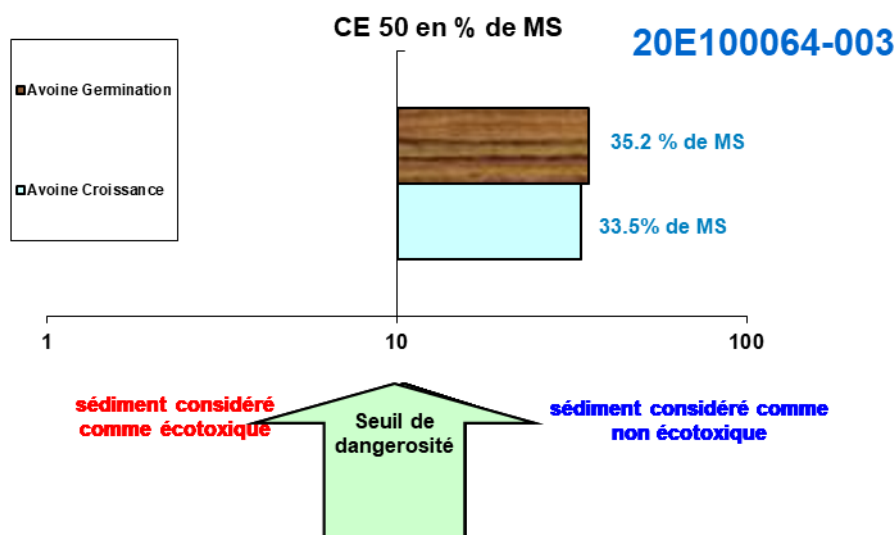


Figure 3 . Toxicité terrestre sur sédiment

VII. SYNTHÈSE DES RESULTATS

Le tableau 6 présente les résultats obtenus en termes de classement des sédiments, respectivement en fonction des seuils de dangerosité.

Sédiment	Classement sur la base des essais de toxicité aiguë*	Classement sur la base des essais de toxicité chronique*	Classement sur la base des essais de toxicité terrestre*	Synthèse*
20E100064-003	-	-	-	-

+ « ombré » : classé comme dangereux pour l'environnement

- : classé comme non dangereux pour l'environnement

* : en considérant que la réponse d'un seul test suffit à classer le sédiment comme écotoxique

Tableau 6. Classement du sédiment par rapport aux seuils retenus

- **Pour le test de toxicité aiguë**, réalisé sur éluat avec un seuil de CE 50 à 10 %,
 - ⇒ L'échantillon « 20E100064-003 » n'est pas considéré comme écotoxique par le test Microtox®,
- **Pour le test de toxicité chronique**, réalisés sur éluat avec un seuil de CE 20 à 1 %,
 - ⇒ L'échantillon « 20E100064-003 » n'est pas considéré comme écotoxique par les tests sur la croissance de la population des Brachionus,
- **Pour le test de toxicité terrestre**, avec un seuil de CE 50 à 10 %,
 - ⇒ L'échantillon « 20E100064-003 » n'est pas considéré comme écotoxique.

Dans le cadre du critère HP14 et en fonction des seuils retenus par le Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie en 2016, l'échantillon « 20E100064-003 » n'est pas considéré comme écotoxique.

VIII. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

VIII.1 Test *Vibrio fischeri* :

- Les rapports des blancs sont compris entre 0,6 et 1,8.
- L'écart par rapport à la moyenne des témoins est inférieur à ou égal 3 % (arrondi à un chiffre significatif).
- Pour les déterminations effectuées en double, les taux d'inhibition ne donnent pas d'écart strictement supérieur à 3 %.
- L'inhibition de la luminescence est comprise entre 20 % et 80 % au bout de 30 min +/- 20 secondes aux concentrations suivantes :
 - 18,7 mg/L de Cr6+ (sous forme de K₂Cr₂O₇) : 60 %

VIII.2 Test *Brachionus* :

- Pourcentage de reproduction observé dans plus de 87,5 % des répliques du lot témoin (100 %).
- Nombre moyen de *Brachionus calyciflorus* femelles dénombrées par puits dans le lot témoin supérieur à 3 à la fin de l'essai : 3,8.
- Substance de référence réalisée le 1^{er} Juillet 2020 : (CuSO₄, 5H₂O).CE 50-72h = 23,4 µg/L de Cu²⁺.

VIII.3 Test plantes :

- Nombre moyen de graines germées supérieur à 7 dans le lot témoin :
 - avoine (*Avena sativa*) : 7,5.

A Maxéville, le 11/08/2020,
Eloïse Renouf, Ingénieur Projets.





Mode de calcul des sommes

Contexte



Nous vous rappelons que notre laboratoire a mis en place depuis 2017 un nouveau mode de calcul des sommes.

Il s'appuie sur l'**Arrêté du 21 décembre 2007** relatif aux modalités d'établissement des redevances pour pollution de l'eau et pour modernisation des réseaux de collecte, qui définit les règles d'utilisation d'un résultat inférieur à la limite de quantification lors d'un calcul.

Ce mode de calcul est déjà appliqué aux matrices solides (sols-boues-sédiments-solides divers-enrobés routiers). Il en est désormais de même pour les matrices liquides (eaux douces-eaux résiduaires-eaux salines-éluats...) et les Gaz des Sols.

Cas général

Le résultat rendu dorénavant sur tous nos échantillons ne sera plus encadré par un intervalle de valeurs mais correspondra à un résultat unique. *LQ = limite de quantification*

1/ Existence d'une LQ réglementaire

Pour les matrices **Eaux résiduaires, Eaux douces et Sédiments**, la LQ réglementaire est celle définie au sein de l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'**Arrêté du 27 octobre 2011**, portant les modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau.

Pour la **matrice d'Eau de Consommation**, la LQ réglementaire est celle définie selon l'**Arrêté du 11 janvier 2019** modifiant l'arrêté du 5 juillet 2016 relatif aux conditions d'agrément des laboratoires pour la réalisation des prélèvements et des analyses du contrôle sanitaire des eaux et l'arrêté du 19 octobre 2017 relatif aux méthodes d'analyse utilisées dans le cadre du contrôle sanitaire des eaux.

Résultat d'analyse \leftarrow LQ laboratoire \leftarrow LQ réglementaire
 → Résultat = 0

Exemple pour les métaux :

Cd : LQ labo = 0.1 mg/L et LQ réglementaire = 0.1 mg/L
 Pb : LQ labo = 0.05 mg/L et LQ réglementaire = 0.1 mg/L

Dans ce cas, le résultat retenu pour chaque métal sera « zéro ».

Résultat d'analyse \leftarrow LQ laboratoire \rightarrow LQ réglementaire
 → Résultat = LQ labo / 2

Exemple pour les PCB :

PCB 28 : LQ labo = 0.2 µg/L et LQ réglementaire = 0.1 µg/L
 PCB 52 : LQ labo = 0.2 µg/L et LQ réglementaire = 0.1 µg/L
 PCB 180 : LQ labo = 0.2 µg/L et LQ réglementaire = 0.1 µg/L
 Dans ce cas, le résultat retenu pour chaque PCB sera « LQ labo/2 »

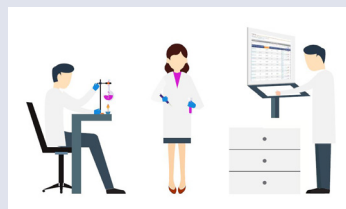
2/ Absence d'une LQ réglementaire

Résultat d'analyse \leftarrow LQ laboratoire
 → Résultat = 0

Exemple pour les BTEX :

Benzène => < 10 µg/L
 Toluène => < 10 µg/L
 Ethylbenzène => < 10 µg/L
 Xylènes => < 10 µg/L

Dans ce cas, le résultat retenu pour chaque BTEX sera « zéro ».



Calcul de la somme des résultats

→ si au final la somme des résultats est égale à « zéro », alors le résultat rendu correspondra à la LQ laboratoire la plus élevée des paramètres sommés

Exemple pour les BTEX :

LQ Benzène => < 10 µg/support
 LQ Toluène => < 10 µg/support
 LQ Ethylbenzène => < 10 µg/support
 LQ Xylène => < 20 µg/support
 Le résultat de la somme sera < 20 µg/support

→ si au final la somme des résultats est différente de « zéro », alors le résultat rendu correspondra à la somme des résultats obtenus pour les différents paramètres sommés.

Exemple pour les urées :

Buturon = 0.05 µg/L
 Chlorbromuron = 0.05 µg/L
 Chlortoluron < 0.05 µg/L

Le résultat de la somme sera de 0.05 + 0.05 + 0 = 0.10 µg/L

Cas particuliers

À partir de janvier 2020 pour les analyses nécessitant une pondération dans le rendu des résultats, le calcul des sommes sera également modifié.

Cette évolution fera l'objet d'une communication particulière prochainement.

**ANNEXE 5 : RESULTATS D'EMBRYOTOXICITE – PRELEVEMENT
DE 2019**

RAPPORT D'ANALYSE N° : **D200701175**

CREOCEAN

A l'attention de Agence Bretagne - Nantes

4 RUE RENE VIVIANI

CS 26220

44262 NANTES -CEDEX 02

Réf. Dossier : CDE N° 20/213

Tél. 02 51 17 82 83

Fax. 02 51 17 82 99

Objet : Analyses de sédiments marins - Complément du dossier D190701994

Dossier enregistré le : **06/07/2020** Edité le : **21/08/2020****Récapitulatif des échantillons analysés :**

Références client des échantillons	Références Inovalys des échantillons
S1 Complément du SED E190704712	Echantillon n° : E200702504
S2 Complément du SED E190704730	Echantillon n° : E200702505

CG

Ce rapport d'analyse ne concerne que les produits soumis à l'analyse. Le site de réalisation des analyses est indiqué en début de ligne (A : Angers, M : Le Mans, N : Nantes, V : Vertou, § : Sous-traitance). La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 3 page(s).

RAPPORT D'ANALYSE N° : **D200701175**

CREOCEAN

A l'attention de Agence Bretagne - Nantes

4 RUE RENE VIVIANI

CS 26220

44262 NANTES -CEDEX 02

Réf. Dossier : CDE N° 20/213

Tél. 02 51 17 82 83

Fax. 02 51 17 82 99

Objet : Analyses de sédiments marins - Complément du dossier D190701994

Dossier enregistré le : **06/07/2020** Edité le : **21/08/2020**ECHANTILLON N° : **E200702504** (Sédiments marins ou estuariens)Réf Client : **S1**Descriptif : **Complément du SED E190704712**

Date début analyse échantillon : 21/08/2020

Le prélèvement n'est pas réalisé par le laboratoire, les caractéristiques associées à l'échantillon ne sont pas de sa responsabilité. Les résultats s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu.

Analyses	brut	Résultats	sec	Références méthodes Types Méthodes	Déb. analyse
§ Test d'embryotoxicité Crassostrea gigas (CE50+GEODRISK)	Voir en annexe le rapport du laboratoire sous traitant			XP T90-382 Sous-traitance	21/08/2020

Approuvé le 21/08/2020 par Carole GARNIER , Responsable laboratoire chimie environnement



CG

RAPPORT D'ANALYSE N° : **D200701175**

CREOCEAN

A l'attention de Agence Bretagne - Nantes

4 RUE RENE VIVIANI

CS 26220

44262 NANTES -CEDEX 02

Réf. Dossier : CDE N° 20/213

Tél. 02 51 17 82 83

Fax. 02 51 17 82 99

Objet : Analyses de sédiments marins - Complément du dossier D190701994

Dossier enregistré le : **06/07/2020** Edité le : **21/08/2020**

ECHANTILLON N° : **E200702505** (Sédiments marins ou estuariens)

Réf Client : **S2**

Descriptif : **Complément du SED E190704730**

Date début analyse échantillon : 21/08/2020

Le prélèvement n'est pas réalisé par le laboratoire, les caractéristiques associées à l'échantillon ne sont pas de sa responsabilité. Les résultats s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu.

Analyses	brut	Résultats	sec	Références méthodes Types Méthodes	Déb. analyse
§ Test d'embryotoxicité Crassostrea gigas (CE50+GEODRISK)	Voir en annexe le rapport du laboratoire sous traitant			XP T90-382 Sous-traitance	21/08/2020

Approuvé le 21/08/2020 par Carole GARNIER , Responsable laboratoire chimie environnement



CG



SARL TOXEM
12 rue des quatre saisons
76290 Montivilliers
Tél : 02 77 00 46 47
Portable : 06 19 35 73 11
jerome.couteau@toxem.com

**TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT
EMBRYO-LARVAIRE D'HUITRES *Crassostrea gigas***

**Etude INOVALYS-17
(Commande BC44200093)**

Demandeur :

INOVALYS

Echantillons :

Sédiment E190704712

Sédiment E190704730

Demandeur :

INOVALYS Nantes

Route de Gachet

BP 52703

44327 Nantes Cedex 3

Etude réalisée par :

TOXEM

12 rue des quatre saisons

76290 Montivilliers

Réception des échantillons : 7 et 31 juillet 2020

Début d'expérimentation : 5 août 2020

Fin d'expérimentation : 17 août 2020

Introduction

Le but de cette expérimentation est de déterminer le potentiel toxique d'un sédiment en évaluant ses capacités à perturber le développement **embryo-larvaire de l'huître creuse** : *Crassostrea gigas*. Le test embryo-larvaire a été réalisé selon la norme NF ISO 17244 [1].

Description du test de développement larvaire

Le **test d'embryotoxicité** sur larves d'huîtres creuses est un test statique d'**écotoxicité** aquatique qui vise à déterminer l'induction d'anomalies du développement chez un certain nombre d'individus après exposition à différentes concentrations d'un **élutriat de sédiment** dont on veut évaluer la toxicité.

Les critères d'effet mesurés sur les larves sont :

- une altération de la coquille (charnière non rectiligne, valves inégales ou incomplètes)
- une hypertrophie du manteau
- le blocage à un stade embryonnaire

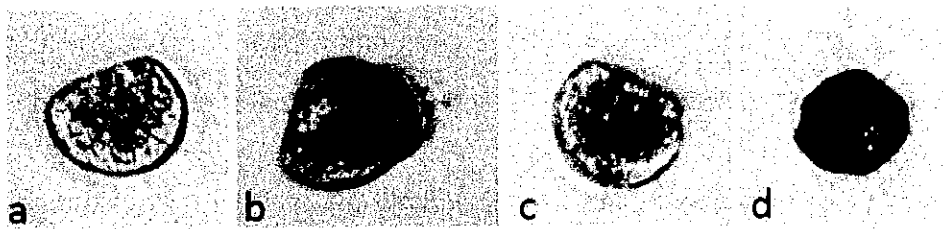


Figure 1: Différentes anomalies du développement embryonnaire de l'huître: larve "D" normale (a), anomalie du manteau (b), anomalie de la charnière (c), blocage au stade embryonnaire (d).

Les résultats de ce test permettent d'exprimer une valeur de **CE₅₀** (Concentration efficace 50%).

Protocole

Les géniteurs de *C. gigas* mûres proviennent de l'écloserie GUERNSEY SEA FARMS, spécialisée dans la maturation de coquillages. Cette écloserie fournit la majeure partie de l'année des huîtres prêtes à pondre et sexuellement différenciées.

Les gamètes ont été obtenus par chocs thermiques pour initier la ponte des femelles et des mâles matures. Les fécondations ont été réalisées en eau de mer de référence dans les proportions suivantes : 5 à 10 spermatozoïdes pour un ovocyte. La suspension ainsi obtenue a été maintenue à 24°C sous une légère agitation pendant deux heures afin d'éviter la polyspermie. Les œufs fécondés ont été ensuite répartis en présence des différents échantillons à tester à raison de 50 œufs/mL. Chaque concentration testée a été réalisée en 3 ou 5 réplicats.

A l'issue d'une période d'incubation de 24h à 24°C, les larves ont été fixées et les anomalies larvaires ont été dénombrées de manière aléatoire sur 100 individus en moyenne par réplicat.

Le taux résiduel d'anomalies dans le témoin eau de référence (témoin négatif) est fortement dépendant de la qualité des individus reproducteurs (donc des gamètes obtenus), il est généralement inférieur à 20%. Le test est donc considéré comme valable si plus de 80% des larves sont normales dans les récipients témoins négatifs. De même, à chaque essai et pour chaque ponte, l'embryotoxicité du sulfate de cuivre est parallèlement déterminée en tant que témoin positif pour valider les résultats obtenus.

Dans le cadre de cette étude, les larves d'huîtres ont été exposées à deux éluviats différents:

- un éluviate dont la concentration équivaut à 250 g/L de sédiment brut permettant d'analyser une gamme allant de 0 à 250 g/L de **sédiment brut** afin de déterminer une CE₅₀ (3 réplicats par concentration),
- un éluviate dont la concentration équivaut à 5 g/L de sédiment sec afin d'attribuer à l'échantillon une note de risque selon la norme GEODRISK (5 réplicats).

Pour la norme **GEODRISK**, le pourcentage de larves anormales obtenues permet d'évaluer la toxicité des sédiments selon la grille d'évaluation suivante:

Note	Toxicité	Pourcentage de larves "D" anormales	Pourcentage de larves "D" normales
0	Négligeable	<10	>90
1	Faible	10 à 30	90 à 70
2	Moyenne	30 à 50	70 à 50
3	Forte	>50	<50
4	Très forte	Blocage du développement au stade embryon	-

Dans le cadre de cette étude, le témoin positif (CuSO₄) a induit les réactions appropriées.

Matériels et Méthodes

Substances d'essai	
Échantillons	<ul style="list-style-type: none">• sédiment E190704712• sédiment E190704730
Solvant utilisé	<ul style="list-style-type: none">• Eau de mer de référence
<u>Détermination de la CE₅₀ :</u> Quantité d'éluviat (% v/v) Équivalent g/L de sédiment brut	5 / 10 / 20 / 30 / 40 / 50 / 60 / 70 / 80 / 90 / 100 12,5 / 25 / 50 / 75 / 100 / 125 / 150 / 175 / 200 / 225 / 250 (3 réplicats par quantité testée)
<u>Détermination de la note Géodrisk:</u>	Equivalent 5 g/L de sédiment sec (5 réplicats par quantité testée)

Substance témoin	
Témoin positif	CuSO ₄ .5H ₂ O (N° CAS: 7758-99-8)
Concentrations testées (µg/L de CuSO ₄)	20 / 30 / 40 / 50 / 60 / 80 / 100 (3 réplicats par quantité testée)

Références

[1] NF ISO 17244: Qualité de l'eau — Détermination de la toxicité d'échantillons aqueux sur le développement embryon-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*) et de la moule (*Mytilus edulis* ou *Mytilus galloprovincialis*).

[2] His E., Seaman M.N.L., Beiras R. 1997. A simplification of the bivalve embryogenesis larval development bioassay method for water quality assessment. *Wat. Res.* 31, 351-355.

[3] GEODE. Suivis environnementaux des opérations de dragage et d'immersion. Annexe 4 : Méthodes de suivi – Propositions de protocoles détaillés et de liens vers d'autres sources méthodologiques. Décembre 2012.

Résultats

Données brutes des témoins

Le pourcentage de larves normales dans les témoins négatif et positif est collecté dans les tableaux 1 et 2 page 7.

Tableau 1: Données concernant le pourcentage de larves normales dénombrées dans le témoin négatif (eau de mer de référence).

Réplicat 1	Réplicat 2	Réplicat 3	Réplicat 4	Réplicat 5	Moyenne	Ecart-Type
82,8	79,4	82,6	79,8	82,1	81,3	1,6

Tableau 2: Données concernant le pourcentage de larves normales dénombrées pour les différentes concentrations de sulfate de cuivre (témoin positif).

Concentrations en sulfate de cuivre ($\mu\text{g/L}$)	Nombre de larves normales (%)			Moyenne	Ecart-Type
20	71,2	75,6	76,9	74,5	3,0
30	55,0	42,9	39,5	45,8	8,2
40	10,6	11,4	10,0	10,7	0,7
50	3,7	2,0	0,0	1,9	1,9
60	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
80	ND	ND	ND	ND	ND
100	ND	ND	ND	ND	ND

Pour le témoin positif, la valeur de la CE_{50} est de $31,62 \mu\text{g/L}$ de sulfate de cuivre soit $6,32 \mu\text{g/L}$ exprimée en Cu^{2+} . Selon la norme **NF ISO 17244** [1], la sensibilité des larves est validée lorsque la CE_{50} exprimée en Cu^{2+} est comprise entre 6 et $16 \mu\text{g/L}$.

Données brutes pour la détermination de la CE_{50}

Les données concernant la détermination de la CE_{50} des sédiments **E190704712**, **E190704730** sont collectées dans les tableaux 3 à 7 pages 8 à 10. Seules les valeurs nécessaires au calcul de la CE_{50} ont été déterminées (*ND : Non Déterminée*).

Tableau 3: Données concernant le nombre de larves normales exprimé en pourcentage du contrôle négatif (témoin eau de mer) pour chaque concentration d'élutriat du sédiment E190704712.

Quantité d'élutriat (%)	Équivalent sédiment (g/L)	Nombre de larves normales (%)			Moyenne	Ecart-Type
5	12,5	96,6	92,2	98,4	95,7	3,2
10	25	ND	ND	ND	ND	ND
20	50	94,5	86,4	110,8	97,2	12,5
30	75	ND	ND	ND	ND	ND
40	100	102,7	96,0	102,8	100,5	3,9
50	125	ND	ND	ND	ND	ND
60	150	99,0	96,9	102,1	99,3	2,6
70	175	ND	ND	ND	ND	ND
80	200	89,9	109,3	108,1	102,4	10,9
90	225	ND	ND	ND	ND	ND
100	250	107,8	99,6	107,0	104,8	4,5

Tableau 4: Données concernant le nombre de larves normales exprimé en pourcentage du contrôle négatif (témoin eau de mer) pour chaque concentration d'élutriat du sédiment E190704730.

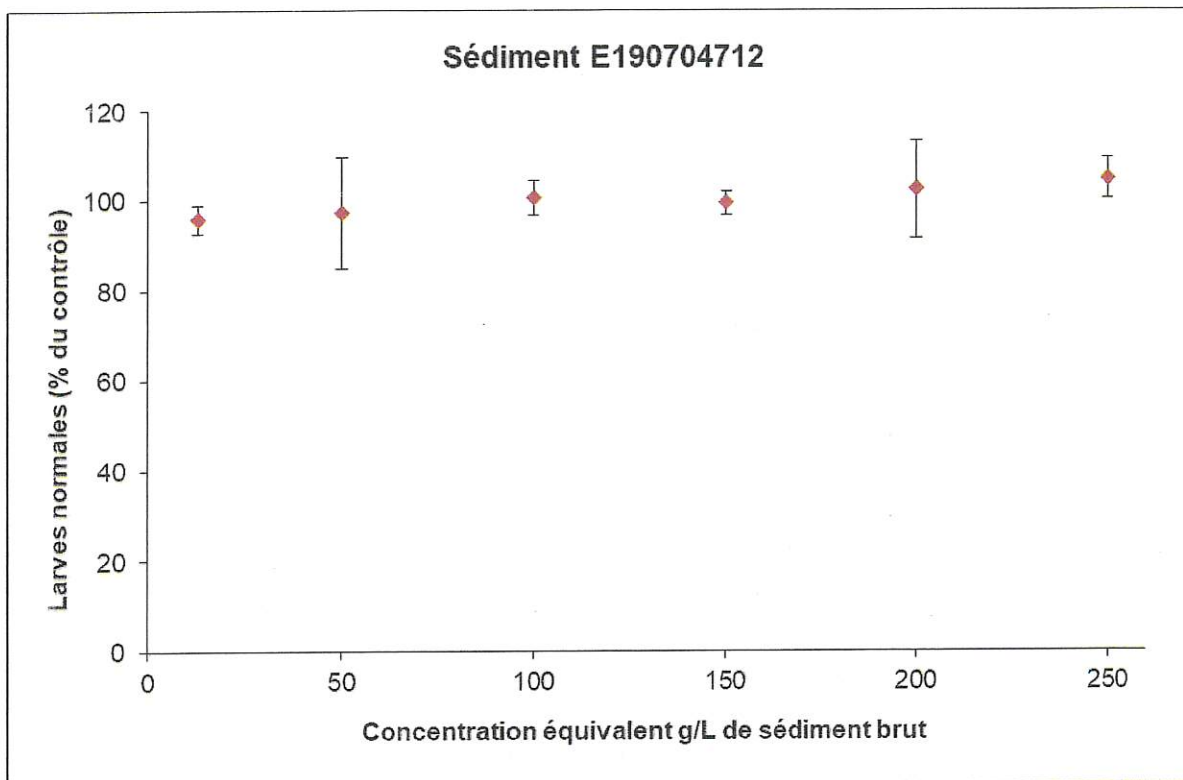
Quantité d'élutriat (%)	Équivalent sédiment (g/L)	Nombre de larves normales (%)			Moyenne	Ecart-Type
5	12,5	108,3	113,0	97,0	106,1	8,3
10	25	ND	ND	ND	ND	ND
20	50	110,4	112,1	97,6	106,7	7,9
30	75	ND	ND	ND	ND	ND
40	100	100,1	100,4	90,4	97,0	5,7
50	125	ND	ND	ND	ND	ND
60	150	97,0	92,2	81,2	90,1	8,1
70	175	ND	ND	ND	ND	ND
80	200	103,4	100,9	101,9	102,1	1,3
90	225	ND	ND	ND	ND	ND
100	250	90,2	91,0	93,7	91,6	1,9

Graphiques

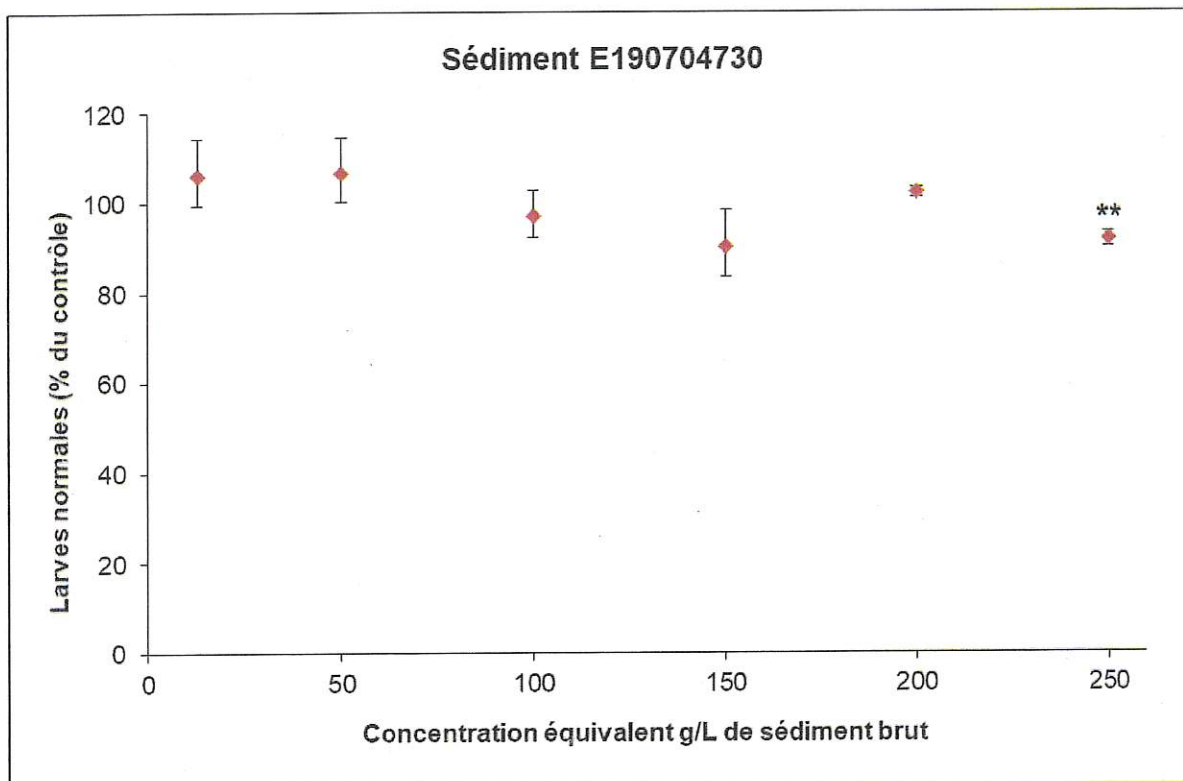
Les graphiques 1 à 2 page 10 représentent l'évolution, exprimée en pourcentage du contrôle négatif, du nombre de larves ne présentant pas d'anomalies en fonction de la concentration testée exprimée en g de sédiment brut par litre.

Un test statistique (test de *STUDENT*) a été réalisé pour déterminer les différences significatives du nombre de larves normales pour chaque quantité testée par rapport au témoin négatif (eau de référence). Les valeurs significativement différentes au risque 0,05% et 0,01% sont annotées d'astérisques (respectivement * et **).

Lorsque son calcul est possible, la CE₅₀ est indiquée sur le graphique.



Graphique 1: Evolution du nombre de larves normales (exprimé en pourcentage du contrôle négatif) en fonction de la concentration d'élutriat à 250 g/L équivalent sédiment brut de l'échantillon E190704712 testée. Les valeurs significativement différentes du témoin négatif sont annotées (**) pour le risque 0,01 et (*) pour le risque 0,05.



Graphique 2: Evolution du nombre de larves normales (exprimé en pourcentage du contrôle négatif) en fonction de la concentration d'élutriat à 250 g/L équivalent sédiment brut de l'échantillon E190704730 testée. Les valeurs significativement différentes du témoin négatif sont annotées (**) pour le risque 0,01 et (*) pour le risque 0,05.

Données brutes pour la détermination de la note GEODRISK

Les données permettant de déterminer la note Géodrisk de chaque échantillon sont collectées dans le tableau 8.

Tableau 8: Données concernant le pourcentage de larves normales dénombrées et la note Géodrisk associée pour chaque élutriat testé (5 g/L équivalent sédiment sec).

Echantillon	Nombre de larves normales (%)					M	ET	Note Géodrisk
E190704712	77,1	79,2	73,0	84,1	76,8	78,0	4,1	1-faible
E190704730	87,0	81,5	63,6	80,2	79,1	81,9	3,5	1-faible

Les valeurs en rouge sont exclues des calculs de moyenne et d'écart type (Test de Grubbs).

Conclusion

Aucune CE₅₀ n'a pu être déterminée pour les sédiments **E190704712** et **E190704730** dans la gamme de concentration testée.

Selon la grille de lecture Géodrisk, les sédiments E190704712, E190704730 sont considérés comme étant faiblement toxiques.



creocean
Environnement & océanographie
www.creocean.fr



keran
Des hommes, une planète
[GROUPE KERAN](#)