

ICF ENVIRONNEMENT
Monsieur Harry GNANA
 Domaine du Petit Arbois
 Bâtiment Laennec
 BP 78
 13545 AIX EN PROVENCE CEDEX

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-15-LK-073525-03

Version du : 14/12/2015

Page 1/4

Annule et remplace la version AR-15-LK-073525-02, qui doit être détruite ou nous être renvoyée

Dossier N° : 15E052588

Date de réception : 05/08/2015

Référence Dossier : N° Projet : DREAL St Felix

Nom Projet: DREAL ST Felix AIX 15 014

Référence Commande :

N° Ech	Matrice	Référence échantillon	Observations
001	Sol	S1-3	
002	Sol	S1-10	
003	Sol	S1-14	
004	Sol	S4-2	
005	Sol	S4-9	
006	Sol	S4-17	

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 sont disponibles sur demande

Méthodes de calcul de l'incertitude (valeur maximisée) : (A) : Eurachem (B) : XP T 90-220 (C) : NF ISO 11352 (D) : ISO 15767 (e) : Méthode interne

Conservation de vos échantillons

Les échantillons seront conservés sous conditions contrôlées pendant 6 semaines pour les sols et pendant 4 semaines pour les eaux et l'air, à compter de la date de réception des échantillons au laboratoire. Sans avis contraire, ils seront détruits après cette période sans aucune communication de notre part. Si vous désirez que les échantillons soient conservés plus longtemps, veuillez retourner ce document signé au plus tard une semaine avant la date d'issue.

Conservation Supplémentaire : x 6 semaines supplémentaires (LS0PX)

Nom :

Signature :

Date :

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-15-LK-073525-03

Version du : 14/12/2015

Page 2/4

Annule et remplace la version AR-15-LK-073525-02, qui doit être détruite ou nous être renvoyée

Dossier N° : 15E052588

Date de réception : 05/08/2015

Référence Dossier : N° Projet : DREAL St Felix

Nom Projet: DREAL ST Felix AIX 15 014

Référence Commande :

N° Echantillon	001	002	003	004	005	Limites de Quantification
Date de prélèvement :	03/08/2015	03/08/2015	03/08/2015	03/08/2015	03/08/2015	
Début d'analyse :	06/08/2015	06/08/2015	06/08/2015	06/08/2015	06/08/2015	

Préparation Physico-Chimique

XXS07 : Refus Pondéral à 2 mm % P.B. Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>Gravimétrie - NF ISO 11464</i>	*	8.85	*	59.0	*	38.4	*	54.6	*	48.6	Sol : 1
XXS06 : Séchage à 40°C Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>Séchage - NF ISO 11464</i>	*	-	*	-	*	-	*	-	*	-	
LSA6L : Broyage mécanique (< 5cm) Prestation réalisée sur le site de Saverne <i>Broyage - Méthode interne</i>		Fait									

Métaux

XXS01 : Minéralisation eau régale - Bloc chauffant Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>Digestion acide - NF EN 13346 Méthode B (Sol)</i>	*	-	*	-	*	-	*	-	*	-	
LS865 : Arsenic (As) mg/kg MS Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>ICP-AES - NF EN ISO 11885 - NF EN 13346 Méthode B (Sol)</i>	*	156 ±30% (B)	*	94.6 ±30% (B)	*	206 ±30% (B)	*	227 ±30% (B)	*	141 ±30% (B)	Sol : 1
LS883 : Plomb (Pb) mg/kg MS Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>ICP-AES - NF EN ISO 11885 - NF EN 13346 Méthode B (Sol)</i>	*	22100 ±15% (B)	*	1020 ±15% (B)	*	11200 ±15% (B)	*	453 ±15% (B)	*	385 ±15% (B)	Sol : 5

Sous-traitance | Eurofins Expertises Environnementales (Maxeville)

IY01F : Bioaccessibilité orale / 1 élément métal Prestation soustraitée à Eurofins Expertises Environnementales SAS <i>Méthode UBM - Méthode interne</i>	CI JOINT					
---	----------	----------	----------	----------	----------	--

001 : S1-3

002 : S1-10

003 : S1-14

004 : S4-2

005 : S4-9

Eurofins Analyses pour l'Environnement - Site de Saverne

5, rue d'Otterswiller - 67700 Saverne

Tél 03 88 911 911 - fax 03 88 916 531 - site web : www.eurofins.fr/env

SAS au capital de 1 632 800 € - APE 7120B - RCS SAVERNE 422 998 971

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-15-LK-073525-03

Version du : 14/12/2015

Page 3/4

Annule et remplace la version AR-15-LK-073525-02, qui doit être détruite ou nous être renvoyée

Dossier N° : 15E052588

Date de réception : 05/08/2015

Référence Dossier : N° Projet : DREAL St Felix

Nom Projet: DREAL ST Felix AIX 15 014

Référence Commande :

N° Echantillon

006
Limites

Date de prélèvement :

03/08/2015

de

Début d'analyse :

06/08/2015

Quantification

Température de l'air de l'enceinte :

Préparation Physico-Chimique

XXS07 : Refus Pondéral à 2 mm	% P.B.	*	69.9			Sol : 1
Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>Gravimétrie - NF ISO 11464</i>						
XXS06 : Séchage à 40°C		*	-			
Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>Séchage - NF ISO 11464</i>						
LSA6L : Broyage mécanique (< 5cm)			Fait			
Prestation réalisée sur le site de Saverne <i>Broyage - Méthode interne</i>						

Métaux

XXS01 : Minéralisation eau régale - Bloc chauffant		*	-			
Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>Digestion acide - NF EN 13346 Méthode B (Sol)</i>						
LS865 : Arsenic (As)	mg/kg MS	*	270 ±30% (B)			Sol : 1
Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>ICP-AES - NF EN ISO 11885 - NF EN 13346 Méthode B (Sol)</i>						
LS883 : Plomb (Pb)	mg/kg MS	*	904 ±15% (B)			Sol : 5
Prestation réalisée sur le site de Saverne NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC 1-1488 <i>ICP-AES - NF EN ISO 11885 - NF EN 13346 Méthode B (Sol)</i>						

Sous-traitance | Eurofins Expertises Environnementales (Maxeville)

IY01F : Bioaccessibilité orale / 1 élément métal			CI JOINT			
Prestation soustraitée à Eurofins Expertises Environnementales SAS <i>Méthode UBM - Méthode interne</i>						

006 : S4-17

RAPPORT D'ANALYSE

N° de rapport d'analyse : AR-15-LK-073525-03

Version du : 14/12/2015

Page 4/4

Annule et remplace la version AR-15-LK-073525-02, qui doit être détruite ou nous être renvoyée

Dossier N° : 15E052588

Date de réception : 05/08/2015

Référence Dossier : N° Projet : DREAL St Felix

Nom Projet: DREAL ST Felix AIX 15 014

Référence Commande :

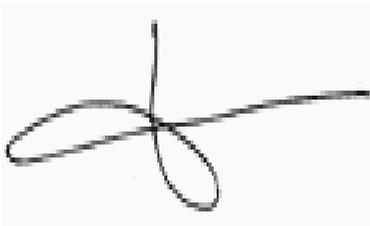
La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 4 page(s). Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

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

Laboratoire agréé par le ministère chargé de l'environnement : portée disponible sur <http://www.labeau.ecologie.gouv.fr>

D : détecté / ND : non détecté

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.

Marie-Cécile Jacques
Resp. dpt. Reception Codage
Microbiology



Stéphanie André
Coordinateur de Projets Clients

Mesure de la bioaccessibilité de métaux (As, Pb) dans des sols d'origine industrielle

(Sols S1-3/S1-10/S1-14/S4-2/S4-9/S4-17)

Rapport n °15G006330/15E052588

Révision 2 du 08/10/2015 (Résumé)

FICHE PRESTATION

CLIENT	EUROFINS ANALYSES POUR L'ENVIRONNEMENT FRANCE
REPRESENTE PAR	STEPHANIE ANDRE
TYPE D'ECHANTILLONS	SOLS D'ORIGINE INDUSTRIELLE (Sols S1-3/S1-10/S1-14/S4-2/S4-9/S4-17))
TYPE DE MESURES	MESURE DE BIOACCESSIBILITE (PROTOCOLE UBM)
CONTEXTE DE LA DEMANDE	DEMANDE PONCTUELLE
ADRESSE DE FACTURATION	EUROFINS ANALYSES POUR L'ENVIRONNEMENT FRANCE 5 RUE D'OTTERSWillER 67700 SAVERNE

LABORATOIRE	EUROFINS EXPERTISES ENVIRONNEMENTALES
ADRESSE DU LABORATOIRE	EUROFINS EXPERTISES ENVIRONNEMENTALES RUE LUCIEN CUENOT SITE SAINT JACQUES II, BP 51005, 54 521 MAXEVILLE CEDEX
DOCUMENT	RAPPORT PRELIMINAIRE
RAPPORT	RESUME
REVISION	2
NOMBRE DE COPIES DELIVREES	0
VERSION	08/10/2015
ATTACHED DOCUMENT(S)	0

EUROFINS	EUROFINS EXPERTISES ENVIRONNEMENTALES
REDACTEUR	ELODIE CUENCA INGENIEURE PROJET DEPT CHIMIE

Nom		Fonction	Qualification	Date	Signature
Signataire	E. CUENCA	Ingénieure Projet Département Chimie	Ingénieure Chimiste	08/10/2015	

Rappel des notions de biodisponibilité et bioaccessibilité

La fraction bioaccessible, ou bioaccessibilité orale *absolue* d'un polluant présent dans une matrice (ex : nourriture, sol, eau etc.), est définie comme la fraction de ce polluant qui est extraite de cette matrice, et mise en solution par la salive et par les fluides digestifs, dans le tractus gastro-intestinal.

La fraction biodisponible, ou biodisponibilité orale *absolue* d'un polluant présent dans une matrice (ex : nourriture, sol, eau etc.), est la fraction de ce polluant qui atteint la circulation sanguine (circulation systémique).

Ainsi, la biodisponibilité résulte de trois phénomènes successifs :

- ❑ la dissolution de la substance dans la salive, les sucs stomacaux et intestinaux (correspondant à la fraction bioaccessible),
- ❑ l'absorption à travers l'épithélium intestinal,
- ❑ la métabolisation hépatique.

Les essais de bioaccessibilité ont pour objectif de mimer la première étape, soit la dissolution de la substance étudiée dans le tractus digestif.

Principe d'un test de bioaccessibilité

Le principe des tests de bioaccessibilité *in vitro* est de mimer les conditions physiologiques se déroulant dans le corps humain, en particulier chez les enfants considérés comme la population potentiellement la plus exposée, lors de l'ingestion de sols contaminés et des processus digestifs.

Le sol potentiellement contaminé, après préparation est mis en contact avec des solutions digestives représentatives des différents segments (salive, estomac, intestin), aux pH physiologiques et sous agitation à 37°C.

Le test UBM simule des conditions *a jeun*, souvent reconnues, comme les plus conservatoires pour l'étude de la bioaccessibilité des éléments inorganiques (dissolution plus importante aux pH plus faibles rencontrés *a jeun*). A noter que toutefois, des bioaccessibilités plus élevées ont été observées en présence de nourriture, y compris pour des contaminants inorganiques (RECORD, 2011).

Au cours du test, des échantillons sont prélevés après les différentes étapes de digestion mises en œuvre (sauf après la phase salivaire) afin d'évaluer une bioaccessibilité stomacale (ou gastrique) et une bioaccessibilité intestinale (ou gastro-intestinale). Les extraits ainsi obtenus sont analysés par ICP-AES. Les résultats issus des tests *in vitro* sont exprimés comme étant la fraction bioaccessible ou la bioaccessibilité en % selon l'équation :

$$\text{FAB ou Bioaccessibilité (\%)} = ([\text{Elément}] \text{ bioaccessible} / [\text{Elément}] \text{ total}) \times 100$$

[Elément] bioaccessible = concentration en élément ou substance extraite après la phase stomacale ou intestinale

[Elément] total = concentration en élément ou substance présente initialement dans le sol

Protocole UBM

Le protocole du test UBM est décrit et téléchargeable à l'adresse suivante : http://www.bgs.ac.uk/barge/docs/BARGE_UBM_DEC_2010.pdf (consulté le 01/09/2015) (INERIS, BARGE, 2010).

Deux sous-échantillons sont constitués et traités afin de déterminer la bioaccessibilité gastrique et la bioaccessibilité gastro-intestinale.

Pour chaque phase, des duplicats (des échantillons, blancs, sols et formes de référence) sont réalisés.

La réalisation du protocole UBM pour sol(s) et forme de référence permet de s'assurer du bon déroulement de la procédure.

Le sol de référence utilisé dans la présente étude est le sol « BGS 102 » du British Geological Survey, pour lequel il existe des valeurs certifiées.

Résultats Série du 02&03/09/2015

Ci-dessous les tableaux 1 et 2 présentant les résultats des contrôles qualités et les tableaux 3 et 4 présentant le résumé des valeurs de bioaccessibilité totale mesurées à partir des échantillons de sols traités avec le protocole UBM.

Tableau 1 : Présentation des Résultats des contrôles qualités pour la bioaccessibilité de l'Arsenic

Echantillons	Compartiment	Teneur totale (mg/kg MS)	Bioaccessibilité totale mesurée exprimée en %	Intervalles	Interprétation
Sol de référence : BGS 102	Gastro – Intestinal	104	2.8 %	Intervalle certifié [3 à 7,8%]	Valeur faible, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure.
Sol de référence : BGS 102	Gastrique	104	5.7 %	Intervalle publié [3,31 à 5,73%] <i>Wragg et al., 2011</i>	Conforme
Substance de référence : Arseniate de Sodium	Gastro – Intestinal	/	89%	Intervalle publié : [88-96%] <i>Caboche, 2009</i>	Conforme
Substance de référence : Arseniate de Sodium	Gastrique	/	83%	Intervalle publié : [92-98%] <i>Caboche, 2009</i>	Valeur faible, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure.
Contrôle Blanc suivant tout le processus analytique	Gastro – Intestinal	/	<LQ	/	Absence de pollution externe Conforme
Contrôle Blanc suivant tout le processus analytique	Gastrique	/	<LQ	/	Absence de pollution externe Conforme

L'ensemble des contrôles qualités de l'essai sont satisfaisants.

Tableau 2 : Présentation des Résultats des contrôles qualités pour la bioaccessibilité du Plomb

Echantillons	Compartiment	Teneur totale (mg/kg MS)	Bioaccessibilité totale mesurée exprimée en %	Intervalles	Interprétation
Sol de référence : BGS 102	Gastro – Intestinal	104	1.25 %	Intervalle publié [1 à 7.43%] <i>Wragg et al., 2011</i>	Conforme
Sol de référence : BGS 102	Gastrique	104	23.87 %	Intervalle certifié [7 à 19 %]	Valeur forte, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure.
Substance de référence : Acétate de Plomb	Gastro – Intestinal	/	58 %	Intervalle publié : [62-68%] <i>Caboche, 2009</i>	Valeur faible, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure.
Substance de référence : Acétate de Plomb	Gastrique	/	83 %	Intervalle publié : [97-101%] <i>Caboche, 2009</i>	Valeur faible, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure..
Contrôle Blanc suivant tout le processus analytique	Gastro – Intestinal	/	<LQ	/	Absence de pollution externe Conforme
Contrôle Blanc suivant tout le processus analytique	Gastrique	/	<LQ	/	Absence de pollution externe Conforme

L'ensemble des contrôles qualités de l'essai sont satisfaisants.

Tableau 3 : Présentation des Résultats de bioaccessibilité de l'Arsenic dans les échantillons de sols

Echantillons	Compartiment	Teneur totale (mg/kg MS)	Bioaccessibilité totale mesurée exprimée en %
S4-2 / 15 ^E 052588-004 / 15G006330-004	Gastro – Intestinal	227	3.1 %
	Gastrique		2.8 %
S4-9 / 15 ^E 052588-005 / 15G006330-005	Gastro – Intestinal	141	7.0 %
	Gastrique		6.2 %
S4-17 / 15 ^E 052588-006 / 15G006330-006	Gastro – Intestinal	270	8.8 %
	Gastrique		9.6 %

Tableau 2 : Présentation des Résultats de bioaccessibilité de Plomb dans les échantillons de sols

Echantillons	Compartiment	Teneur totale (mg/kg MS)	Bioaccessibilité totale mesurée exprimée en %
S4-2 / 15 ^E 052588-004 / 15G006330-004	Gastro – Intestinal	453	7.0 %
	Gastrique		32.5 %
S4-9 / 15 ^E 052588-005 / 15G006330-005	Gastro – Intestinal	385	12.1 %
	Gastrique		41.1 %
S4-17 / 15 ^E 052588-006 / 15G006330-006	Gastro – Intestinal	904	14.8 %
	Gastrique		41.3 %

Résultats Série du 22&23/09/2015

Ci-dessous les tableaux 5 et 6 présentant les résultats des contrôles qualités et les tableaux 7 et 8 présentant le résumé des valeurs de bioaccessibilité totale mesurées à partir des échantillons de sols traités avec le protocole UBM.

Tableau 5 : Présentation des Résultats des contrôles qualités pour la bioaccessibilité de l'Arsenic

Echantillons	Compartiment	Teneur totale (mg/kg MS)	Bioaccessibilité totale mesurée exprimée en %	Intervalles	Interprétation
Sol de référence : BGS 102	Gastro – Intestinal	104	2.8 %	Intervalle certifié [3 à 7,8%]	Valeur faible, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure.
Sol de référence : BGS 102	Gastrique	104	4.7 %	Intervalle publié [3,31 à 5,73%] <i>Wragg et al., 2011</i>	Conforme
Substance de référence : Arseniate de Sodium	Gastro – Intestinal	/	89 %	Intervalle publié : [88-96%] <i>Caboche, 2009</i>	Conforme
Substance de référence : Arseniate de Sodium	Gastrique	/	86 %	Intervalle publié : [92-98%] <i>Caboche, 2009</i>	Valeur faible, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure.
Contrôle Blanc suivant tout le processus analytique	Gastro – Intestinal	/	<LQ	/	Absence de pollution externe Conforme
Contrôle Blanc suivant tout le processus analytique	Gastrique	/	<LQ	/	Absence de pollution externe Conforme

L'ensemble des contrôles qualités de l'essai sont satisfaisants.

Tableau 6 : Présentation des Résultats des contrôles qualités pour la bioaccessibilité du Plomb

Echantillons	Compartiment	Teneur totale (mg/kg MS)	Bioaccessibilité totale mesurée exprimée en %	Intervalles	Interprétation
Sol de référence : BGS 102	Gastro – Intestinal	104	1.2 %	Intervalle publié [1 à 7.43%] <i>Wragg et al., 2011</i>	Conforme
Sol de référence : BGS 102	Gastrique	104	24.5 %	Intervalle certifié [7 à 19 %]	Valeur forte, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure.
Substance de référence : Acétate de Plomb	Gastro – Intestinal	/	57 %	Intervalle publié : [62-68%] <i>Caboche, 2009</i>	Valeur faible, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure.
Substance de référence : Acétate de Plomb	Gastrique	/	85 %	Intervalle publié : [97-101%] <i>Caboche, 2009</i>	Valeur faible, mais conforme avec l'historique des valeurs du laboratoire et cohérente avec l'intervalle attendu du fait des incertitudes de mesure.
Contrôle Blanc suivant tout le processus analytique	Gastro – Intestinal	/	<LQ	/	Absence de pollution externe Conforme
Contrôle Blanc suivant tout le processus analytique	Gastrique	/	<LQ	/	Absence de pollution externe Conforme

L'ensemble des contrôles qualités de l'essai sont satisfaisants.

Tableau 7 : Présentation des Résultats de bioaccessibilité de l'Arsenic dans les échantillons de sols

Echantillons	Compartiment	Teneur totale (mg/kg MS)	Bioaccessibilité totale mesurée exprimée en %
S1-3 / 15E052588-001 / 15G006330-001	Gastro – Intestinal	156	5.1 %
	Gastrique		9.6 %
S1-10 / 15E052588-002 / 15G006330-002	Gastro – Intestinal	94.6	8.5 %
	Gastrique		13.3 %
S1-14 / 15E052588-003 / 15G006330-003	Gastro – Intestinal	206	4.6 %
	Gastrique		8.5 %

Tableau 8 : Présentation des Résultats de bioaccessibilité de Plomb dans les échantillons de sols

Echantillons	Compartiment	Teneur totale (mg/kg MS)	Bioaccessibilité totale mesurée exprimée en %
S1-3 / 15E052588-001 / 15G006330-001	Gastro – Intestinal	22100	0.3 %
	Gastrique		61.8 %
S1-10 / 15E052588-002 / 15G006330-002	Gastro – Intestinal	1020	0.5 %
	Gastrique		76.2 %
S1-14 / 15E052588-003 / 15G006330-003	Gastro – Intestinal	11200	0.4 %
	Gastrique		51.4 %

Fin du rapport