

# Rapport d'analyses de GRANULOMETRIE LASER

N° Client :

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO CEDEX

Affaire suivie par :

ROUEN, le : 02/10/2018



## Rapport N°841257

Page : 1 / 3

Nos références : 2018C020060

Vos références : Commande n°1508855409

Le rapport d'analyse ne concerne que les échantillons soumis à analyse. La reproduction du rapport n'est autorisée que sous la forme de fac-similé photographique intégral.

Le rapport ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire. Le nombre d'annexes est indiqué en fin de rapport.

L'accréditation du COFRAC atteste de la compétence des laboratoires pour les seuls essais couverts par l'accréditation qui sont identifiés par le symbole (\*).

La responsabilité du laboratoire se limite à l'analyse et les résultats figurant sur ce rapport ne sont représentatifs que des échantillons transmis au laboratoire.

### **1) Traitement des échantillons**

La préparation et l'analyse des échantillons sont effectuées selon le mode opératoire MOA59 (ISO 13320)

- Echantillonnage : Homogénéisation manuelle
- Prétraitement : Tamisage à 2mm
- Les échantillons bruts tamisés à 2mm sont conservés en chambre froide.

### **2) Dispersion**

Les paramètres de dispersion utilisés pour la réalisation des analyses sont les suivants :

- Milieu de dispersion liquide à l'eau
- Mode de dispersion : mécanique (agitation)
- Dispersant chimique : hexamétaphosphate de sodium
- Dispersant mécanique : Aucun
- Vitesse maximale de la pompe : 16 l/min - Réglage de la pompe 75%.

### **3) Mesure de la distribution granulométrique volumétrique**

Les caractéristiques techniques utilisées pour la réalisation de la diffraction laser sont précisées ci-dessous :

- Instrument : Granulomètre laser LS 13320
- Logiciel : LS 13320 sw
- Technique de mesure : Diffraction laser
- Plage de tailles réelles utilisées pour la mesure : 2µm-2mm
- Motif de diffusion : théorie de Mie
- Modèle optique : Sédiment (indice de réfraction : partie réelle : 1.57 partie imaginaire : 0.1)
- Echantillon de contrôle : Control Garnet G15

### **4) Résultats**

L'ensemble des courbes granulométriques correspondant aux échantillons ci-dessous est repris sur les rapports informatiques fournis par le logiciel Coulter.

## Rapport N°841257

Page : 2 / 3

### Echantillon N° 841257-001

Référence échantillon : Analyse sur sédiment - SAINT MALO - PORT (MOYENNE DES 4 BASSINS) C33  
 Date de prélèvement : 30/08/2018 Heure de prélèvement : 09:30  
 Remis par : Client  
 Date de remise au laboratoire : 05/09/2018  
 Prelevé par :

Echantillon	Paramètre	Date d'analyse	Opérateur	Date du dernier contrôle mensuel
841257-001	* Granulométrie Laser	27/09/2018	MD	27/09/2018

### Echantillon N° 841257-002

Référence échantillon : Analyse sur sédiment - SAINT MALO - AVANT PORT C 34  
 Date de prélèvement : 29/08/2018 Heure de prélèvement : 10:00  
 Remis par : Client  
 Date de remise au laboratoire : 05/09/2018  
 Prelevé par :

Echantillon	Paramètre	Date d'analyse	Opérateur	Date du dernier contrôle mensuel
841257-002	* Granulométrie Laser	27/09/2018	MD	27/09/2018

### Echantillon N° 841257-003

Référence échantillon : Analyse sur sédiment - SAINT MALO - LES SABLONS V 36  
 Date de prélèvement : 29/08/2018 Heure de prélèvement : 09:00  
 Remis par : Client  
 Date de remise au laboratoire : 05/09/2018  
 Prelevé par :

Echantillon	Paramètre	Date d'analyse	Opérateur	Date du dernier contrôle mensuel
841257-003	* Granulométrie Laser	27/09/2018	MD	27/09/2018

### Echantillon N° 841257-004

Référence échantillon : Analyse sur sédiment - DINARD - PORT DE PLAISANCE LE PRIEURE V21  
 Date de prélèvement : 29/08/2018 Heure de prélèvement : 09:30  
 Remis par : Client  
 Date de remise au laboratoire : 05/09/2018  
 Prelevé par :

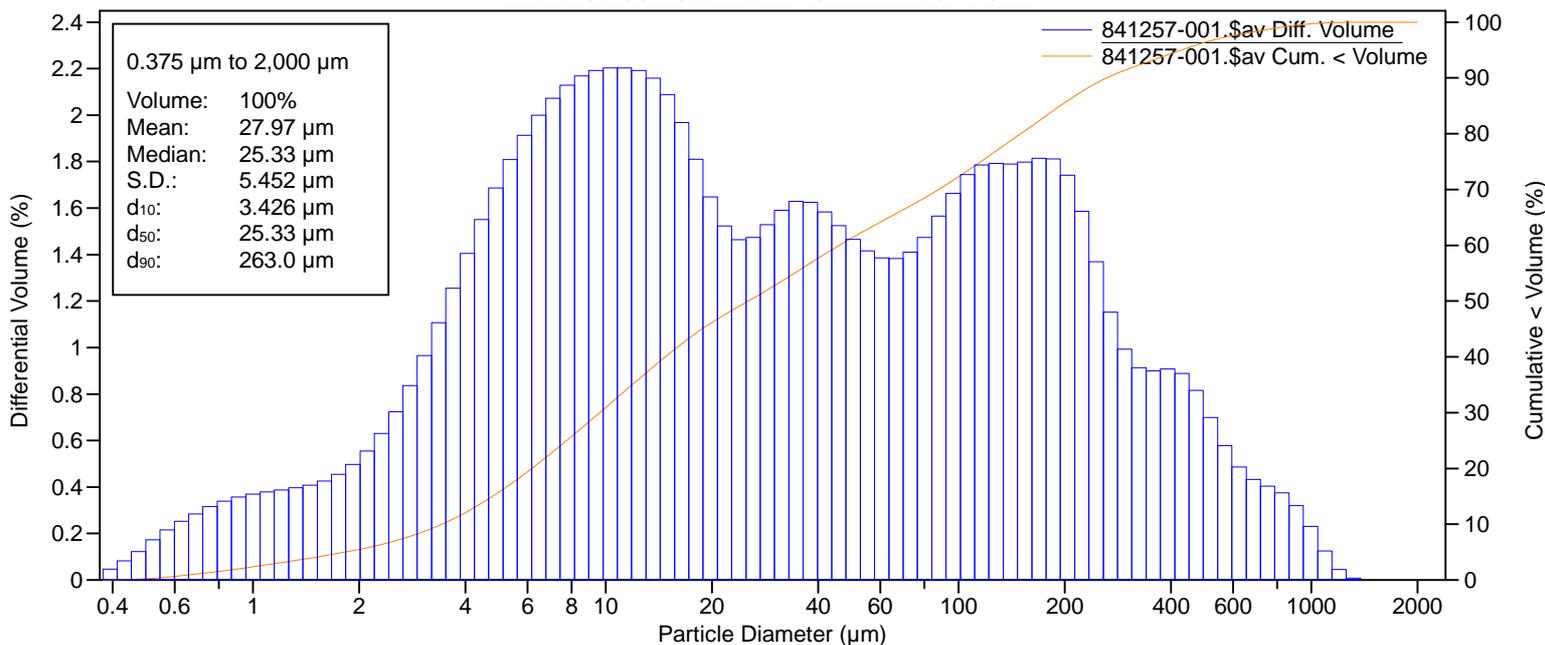
Echantillon	Paramètre	Date d'analyse	Opérateur	Date du dernier contrôle mensuel
841257-004	* Granulométrie Laser	27/09/2018	MD	27/09/2018

File name: C:\LS13320\Samples\2018\841257\841257-001.\$av  
 841257-001.\$av  
 File ID: 841257-001  
 Sample ID: ANALYSE SUR SEDIMENT - SAINT MALO - PORT  
 Operator: MD  
 Comment 1: DDTM ILLE ET VILAINE  
 Comment 2: prise d'essai de l'échantillon 10g(+/-1g)  
 Optical model: sédiment.rf780z  
 LS 13 320 SW Aqueous Liquid Module

Run length: 60 seconds

Pump speed: 75  
 Fluid: eau de ville  
 Average of 2 files  
 841257-001\_13-36\_39.\$ls  
 841257-001\_13-47\_42.\$ls

ANALYSE SUR SEDIMENT - SAINT MALO - PORT



Volume Statistics (Geometric) Average of 2 files 841257-001.\$av

Calculations from 0.375 µm to 2,000 µm

	Mean	S.D.
Mean:	28.02 µm	2.221
Median:	25.36 µm	0.857
D(3,3):	28.02 µm	2.221
S.D.:	5.447	0.0055
Variance:	29.66	0.057
Skewness:	-0.019	0.016
Kurtosis:	-0.769	0.0026
d <sub>10</sub> :	3.457 µm	0.487
d <sub>90</sub> :	264.0 µm	30.65

841257-001.\$av

| Diff. Volume % |
|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 0.046          | 0.45           | 2.13           | 1.63           | 1.80           | 0.43           |
| 0.082          | 0.50           | 2.17           | 1.62           | 1.81           | 0.40           |
| 0.12           | 0.55           | 2.19           | 1.58           | 1.81           | 0.37           |
| 0.17           | 0.63           | 2.20           | 1.53           | 1.74           | 0.32           |
| 0.22           | 0.72           | 2.20           | 1.46           | 1.59           | 0.23           |
| 0.25           | 0.84           | 2.19           | 1.42           | 1.37           | 0.13           |
| 0.28           | 0.97           | 2.16           | 1.39           | 1.15           | 0.045          |
| 0.32           | 1.11           | 2.09           | 1.38           | 0.99           | 0.0082         |
| 0.34           | 1.26           | 1.97           | 1.41           | 0.91           | 0.00062        |
| 0.36           | 1.41           | 1.81           | 1.47           | 0.90           | 0              |
| 0.37           | 1.55           | 1.65           | 1.57           | 0.91           | 0              |
| 0.38           | 1.69           | 1.52           | 1.66           | 0.89           | 0              |
| 0.39           | 1.81           | 1.46           | 1.74           | 0.82           |                |
| 0.40           | 1.91           | 1.47           | 1.79           | 0.70           |                |
| 0.41           | 2.00           | 1.53           | 1.79           | 0.58           |                |
| 0.43           | 2.07           | 1.59           | 1.79           | 0.49           |                |

841257-001.\$av

Interpolation from 0.375  $\mu\text{m}$  to 2,000  $\mu\text{m}$ 

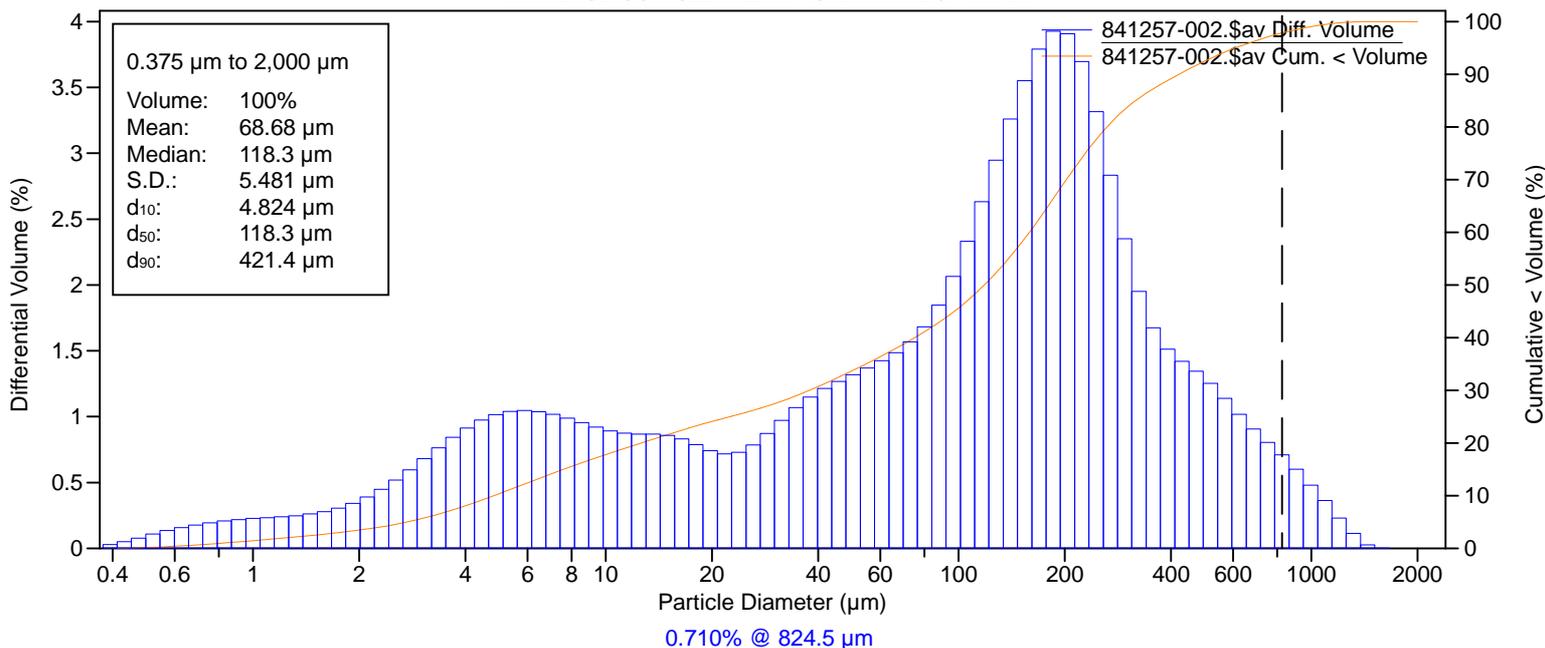
Particle Diameter $\mu\text{m}$	Volume % <	Volume % >	Volume %
2	5.48	94.5	25.5
10	30.9	69.1	15.2
20	46.2	53.8	15.2
50	61.4	38.6	3.52
63	64.9	35.1	3.60
80	68.5	31.5	1.93
90	70.4	29.6	1.86
100	72.3	27.7	4.21
125	76.5	23.5	4.76
160	81.3	18.7	0.36
163	81.6	18.4	3.94
200	85.6	14.4	3.75
250	89.3	10.7	2.21
300	91.5	8.48	2.83
400	94.3	5.65	2.04
500	96.4	3.61	1.48
630	97.9	2.13	1.09
800	99.0	1.04	0.45
900	99.4	0.59	0.31
1,000	99.7	0.28	0.27
1,250	99.99	0.011	0.011
1,600	100	0	0
2,000	100	0	

File name: C:\LS13320\Samples\2018\841257\841257-002.\$av  
 841257-002.\$av  
 File ID: 841257-002  
 Sample ID: ANALYSE SUR SEDIMENT - SAINT MALO - AVAN  
 Operator: MD  
 Comment 1: DDTM ILLE ET VILAINE  
 Comment 2: prise d'essai de l'échantillon 10g(+/-1g)  
 Optical model: sédiment.rf780z  
 LS 13 320 SW Aqueous Liquid Module

Run length: 60 seconds

Pump speed: 75  
 Fluid: eau de ville  
 Average of 2 files  
 841257-002\_13-56\_44.\$ls  
 841257-002\_14-05\_46.\$ls

ANALYSE SUR SEDIMENT - SAINT MALO - AVAN



Volume Statistics (Geometric) Average of 2 files 841257-002.\$av

Calculations from 0.375 µm to 2,000 µm

	Mean	S.D.
Mean:	69.04 µm	9.908
Median:	118.3 µm	15.67
D(3,3):	69.04 µm	9.908
S.D.:	5.464	0.089
Variance:	29.86	0.975
Skewness:	-0.790	0.024
Kurtosis:	-0.218	0.111
d <sub>10</sub> :	4.845 µm	0.408
d <sub>90</sub> :	424.6 µm	83.38

841257-002.\$av

| Diff. Volume % |
|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 0.029          | 0.31           | 0.99           | 1.07           | 3.55           | 0.91           |
| 0.052          | 0.34           | 0.96           | 1.15           | 3.79           | 0.81           |
| 0.076          | 0.39           | 0.92           | 1.21           | 3.93           | 0.71           |
| 0.11           | 0.45           | 0.89           | 1.27           | 3.91           | 0.60           |
| 0.13           | 0.52           | 0.87           | 1.32           | 3.70           | 0.48           |
| 0.16           | 0.60           | 0.87           | 1.37           | 3.32           | 0.36           |
| 0.18           | 0.68           | 0.87           | 1.42           | 2.83           | 0.23           |
| 0.19           | 0.76           | 0.86           | 1.49           | 2.35           | 0.11           |
| 0.21           | 0.84           | 0.83           | 1.57           | 1.95           | 0.027          |
| 0.22           | 0.91           | 0.79           | 1.68           | 1.68           | 0.0030         |
| 0.23           | 0.97           | 0.74           | 1.85           | 1.51           | 0              |
| 0.23           | 1.02           | 0.72           | 2.06           | 1.42           | 0              |
| 0.24           | 1.04           | 0.73           | 2.33           | 1.35           |                |
| 0.25           | 1.05           | 0.78           | 2.63           | 1.25           |                |
| 0.26           | 1.04           | 0.87           | 2.95           | 1.14           |                |
| 0.28           | 1.02           | 0.97           | 3.26           | 1.02           |                |

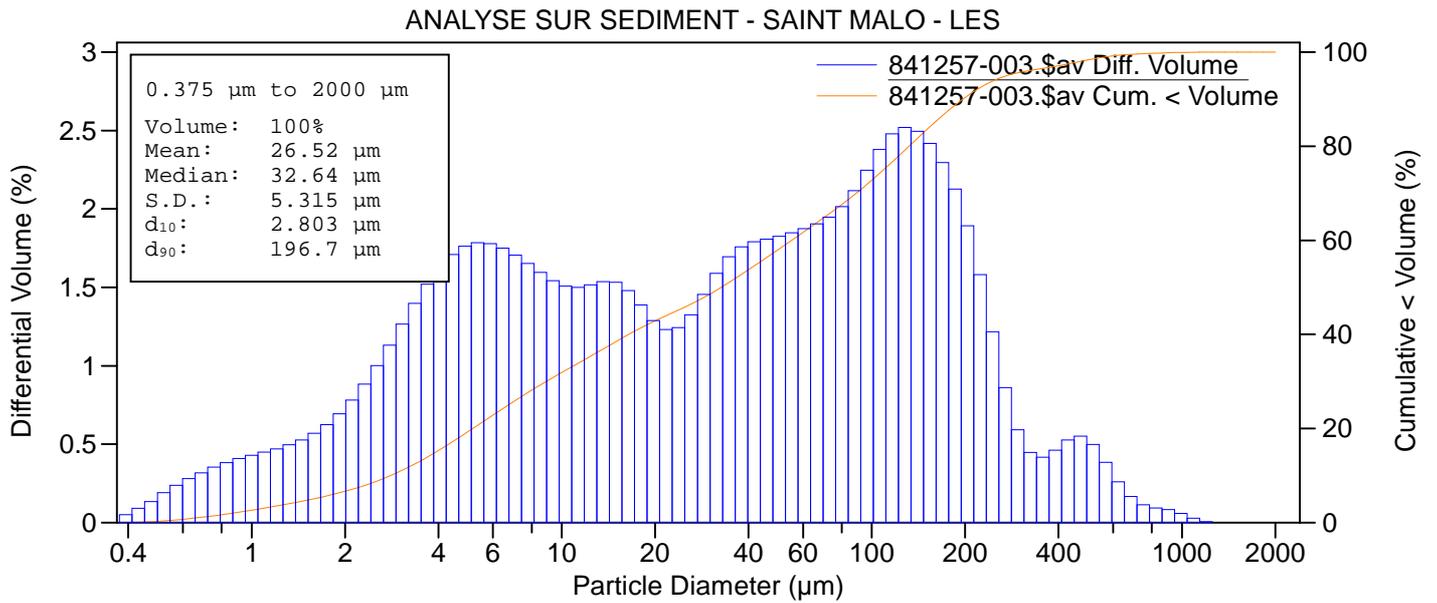
841257-002.\$av

Interpolation from 0.375  $\mu\text{m}$  to 2,000  $\mu\text{m}$ 

Particle Diameter $\mu\text{m}$	Volume % <	Volume % >	Volume %
2	3.47	96.5	14.3
10	17.8	82.2	6.27
20	24.1	75.9	9.64
50	33.7	66.3	3.43
63	37.1	62.9	3.96
80	41.1	58.9	2.25
90	43.4	56.6	2.28
100	45.6	54.4	6.00
125	51.6	48.4	8.68
160	60.3	39.7	0.73
163	61.1	38.9	8.46
200	69.5	30.5	8.73
250	78.3	21.7	5.37
300	83.6	16.4	5.56
400	89.2	10.8	3.33
500	92.5	7.49	2.84
630	95.4	4.64	2.24
800	97.6	2.41	0.85
900	98.4	1.56	0.61
1,000	99.0	0.95	0.80
1,250	99.8	0.15	0.15
1,600	99.999	0.0012	0.0012
2,000	100	0	

## ALPA CHIMIES

File name: C:\LS13320\Samples\2018\841257\841257-003.\$av  
 841257-003.\$av  
 File ID: 841257-003  
 Sample ID: ANALYSE SUR SEDIMENT - SAINT MALO - LES  
 Operator: MD  
 Comment 1: DDTM ILLE ET VILAINE  
 Comment 2: prise d'essai de l'échantillon 10g(+/-1g)  
 Optical model: sédiment.rf780z  
 LS 13 320 SW Aqueous Liquid Module  
 Fluid: eau de ville  
 Average of 2 files  
 C:\LS13320\Samples\2018\841257\841257-003\_14-14\_47.\$ls  
 C:\LS13320\Samples\2018\841257\841257-003\_14-24\_49.\$ls



841257-003.\$av

Particle Diameter µm	Volume % <	Volume %
2	6.67	25.2
10	31.9	11.0
20	42.9	15.2
50	58.1	4.61
63	62.7	4.96
80	67.6	2.63
90	70.3	2.51
100	72.8	5.80
125	78.6	6.57
160	85.1	0.46
163	85.6	4.73
200	90.3	3.75
250	94.1	1.62
300	95.7	1.41
400	97.1	1.27
500	98.4	0.97
630	99.3	0.40
800	99.7	0.11
900	99.9	0.081
1000	99.9	0.060
1250	99.999	0.00077
1600	100	0
2000	100	0

---

ALPA CHIMIES

---

Volume Statistics (Geometric)      Average of 2 files      841257-003.\$av

Calculations from 0.375  $\mu\text{m}$  to 2000  $\mu\text{m}$

	Mean	S.D.
Mean:	26.52 $\mu\text{m}$	0.024
Median:	32.65 $\mu\text{m}$	0.943
D(3,3):	26.52 $\mu\text{m}$	0.024
S.D.:	5.315	0.078
Variance:	28.26	0.828
Skewness:	-0.253	0.054
Kurtosis:	-0.862	0.026
d <sub>10</sub> :	2.803 $\mu\text{m}$	0.00052
d <sub>90</sub> :	197.1 $\mu\text{m}$	6.448

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 1 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Nos références : 2018C020060

Vos références : Commande n°1508855409

Remplace le rapport partiel du : 20/11/2018

Le rapport d'analyse ne concerne que les échantillons soumis à analyse. La reproduction du rapport n'est autorisée que sous la forme de fac-similé photographique intégral.  
Le rapport ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire. Le rapport comporte 24 page(s) et 2 annexe(s).  
L'accréditation du COFRAC atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation qui sont identifiés par le symbole (\*).

### Echantillon N° : 841257-001

Date de prélèvement : 30/08/2018      Heure de prélèvement : 09:30  
Remis par : Client  
Date de remise au laboratoire : 05/09/2018  
Date de mise en analyse de l'échantillon : 05/09/2018  
Référence échantillon : Analyse sur sédiment - SAINT MALO - PORT (MOYENNE DES 4 BASSINS) C33

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
(a) * Carbone organique	NF ISO 14235	3.45 %	m/m/sec
(a) * Matières sèches (105°C)	NF ISO 11465	56.6 %	m/m
(a) Fraction inférieure à 2 mm	Tamissage	85.0 %	
<b>GRANULOMETRIE LASER (sur fraction brute &lt;2 mm)</b>			
(b) * Fraction inférieure à 2 µm	ISO 13320	5.5 %	
(b) * Fraction inférieure à 10 µm	ISO 13320	30.9 %	
(b) * Fraction inférieure à 63 µm	ISO 13320	64.9 %	
(b) * Fraction inférieure à 125 µm	ISO 13320	76.5 %	
(b) * Fraction inférieure à 250 µm	ISO 13320	89.3 %	
(b) * Fraction inférieure à 500 µm	ISO 13320	96.4 %	
(b) * Fraction inférieure à 1000 µm	ISO 13320	99.7 %	
(b) * Fraction inférieure à 2000 µm	ISO 13320	100 %	
(a) Densité	Mesure apparente	1.271	
<b>METAUX</b>			
(e) Méthyl mercure	GC/ICP-MS	<0.02 mg/kg	
<b>METAUX (Sur fraction &lt;2mm Minéralisation selon NF EN 13346)</b>			
(b) * Mercure	NF EN ISO 17852	0.80 mg/kg/sec	
<b>METAUX (Sur fraction &lt;2mm Minéralisation selon NF X 31-147)</b>			
(b) * Aluminium	NF EN ISO 11885	2.99 %	
(b) * Arsenic	NF EN ISO 11885	18 mg/kg/sec	
(b) * Cadmium	NF EN ISO 11885	2.6 mg/kg/sec	
(b) Chrome	NF EN ISO 11885	63 mg/kg/sec	
(b) Cuivre	NF EN ISO 11885	174 mg/kg/sec	
(b) Etain	NF EN ISO 17294	9.5 mg/kg/sec	
(b) Nickel	NF EN ISO 11885	22 mg/kg/sec	

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 2 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-001

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
<b>METAUX (Sur fraction &lt;2mm Minéralisation selon NF X 31-147)</b>			
(b) Plomb	NF EN ISO 11885	94	mg/kg/sec
(b) Zinc	NF EN ISO 11885	667	mg/kg/sec
<b>ORGANOCHLORES ET APPARENTES</b>			
(b) * DDE op'	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * DDE pp'	GC/MS/MS	1.30	µg/kg/sec
(b) * DDD op'	GC/MS/MS	1.30	µg/kg/sec
(b) * DDD pp'	GC/MS/MS	3.60	µg/kg/sec
(b) Trifluraline	GC/MS/MS	<10.0	µg/kg/sec
(b) * PCB 28	GC/MS/MS	2.00	µg/kg/sec
(b) * PCB 52	GC/MS/MS	6.50	µg/kg/sec
(b) * PCB 101	GC/MS/MS	26.8	µg/kg/sec
(b) * PCB 118	GC/MS/MS	17.7	µg/kg/sec
(b) * PCB 153	GC/MS/MS	35.5	µg/kg/sec
(b) * PCB 138	GC/MS/MS	40.5	µg/kg/sec
(b) * PCB 180	GC/MS/MS	17.5	µg/kg/sec
(b) * alpha-HCH	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * beta-HCH	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * Hexachlorobenzène	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * gamma-HCH (Lindane)	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * Aldrine	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * Isodrine	GC/MS/MS	<2	µg/kg/sec
(b) * Endosulfan alpha	GC/MS/MS	<2.0	µg/kg/sec
(b) * Dieldrine	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * Endrine	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * Endosulfan bêta	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * DDT op'	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) Endosulfan sulfate	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) Endosulfan total	GC/MS/MS	<4.0	µg/kg/sec
(b) * DDT pp'	GC/MS/MS	<1.0	µg/kg/sec
(b) * HCH delta	GC/MS/MS	<1.00	µg/kg/sec
<b>ORGANOETAINS (exprimés en étain sur sec)</b>			
(b) * Monobutylétain (MBT)	XP T 90-250 mod.	93.5	µg Sn/kg/sec
(b) * Dibutylétain (DBT)	XP T 90-250 mod.	356	µg Sn/kg/sec
(b) * Tributylétain (TBT)	XP T 90-250 mod.	374	µg Sn/kg/sec
(b) Triphénylétain (TPHT)	XP T 90-250 mod.	<2.0	µg Sn/kg/sec
<b>DIVERS ORGANIQUES</b>			
(b) Hexabromocyclododecane (HBCDDs) (Somme des 3)	GC/MS-CInégative	<10.0	µg/kg/sec

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 3 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-001

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
<b>PHENOLS ET DERIVES</b>			
(b) Pentachlorophénol	GC/MS	<10.0	µg/kg/sec
<b>ALKYLPHENOLS</b>			
(b) Tétrabromobisphénol A	GC/MS	<10.0	µg/kg/sec
(b) Nonylphénol (mélange technique)	GC/MS	<158	µg/kg/sec
(b) 4-tert-octylphénol	GC/MS	<10.0	µg/kg/sec
(b) 4-n-octylphénol	GC/MS	<10.0	µg/kg/sec
(b) 4-para-nonylphénol	GC/MS	148	µg/kg/sec
(b) 4-n-nonylphénol	GC/MS	<10.0	µg/kg/sec
<b>PHTALATES</b>			
(b) Diéthylhexylphtalate (DEHP ou DOP)	GC/MS	1550	µg/kg/sec
<b>POLYBROMODIPHENYLEETHERS</b>			
(b) BDE 154	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 183	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 28	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 197	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 206	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 207	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 47	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 77	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 99	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 100	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 153	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 209	GC/MS-CInégative	<25.0	µg/kg/sec
<b>DIOXINES FURANES</b>			
(b) Dioxines et furanes	GC/HRMS	rapport/	
<b>HYDROCARBURES POLYCYCLIQUES AROMATIQUES</b>			
(b) Naphtalène	XP X 33-012	474	µg/kg/sec
(b) * Acénaphène	XP X 33-012	492	µg/kg/sec
(b) * Fluorène	XP X 33-012	529	µg/kg/sec
(b) * Phénanthrène	XP X 33-012	3800	µg/kg/sec
(b) * Anthracène	XP X 33-012	1130	µg/kg/sec
(b) * Fluoranthène	XP X 33-012	6160	µg/kg/sec
(b) * Pyrène	XP X 33-012	5210	µg/kg/sec
(b) * Benzo (a) anthracène	XP X 33-012	3190	µg/kg/sec
(b) * Chrysène	XP X 33-012	2980	µg/kg/sec
(b) * Benzo (b) fluoranthène	XP X 33-012	3730	µg/kg/sec

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 4 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-001

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
<b>HYDROCARBURES POLYCYCLIQUES AROMATIQUES</b>			
(b) * Benzo (k) fluoranthène	XP X 33-012	1960	µg/kg/sec
(b) * Benzo (a) pyrène	XP X 33-012	3860	µg/kg/sec
(b) * Dibenzo (a,h) anthracène	XP X 33-012	211	µg/kg/sec
(b) * Benzo (g,h,i) perylène	XP X 33-012	1660	µg/kg/sec
(b) * Indéno (1,2,3-cd) pyrène	XP X 33-012	2120	µg/kg/sec
(b) Acénaphthylène	XP X 33-012	<10.0	µg/kg/sec

Observation(s) : Analyse du methyl-mercure sous traitée

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 5 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-002

Date de prélèvement : 29/08/2018      Heure de prélèvement : 10:00  
Remis par : Client  
Date de remise au laboratoire : 05/09/2018  
Date de mise en analyse de l'échantillon : 05/09/2018  
Référence échantillon : Analyse sur sédiment - SAINT MALO - AVANT PORT C 34

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
(a) * Carbone organique	NF ISO 14235	0.99 %	m/m/sec
(a) * Matières sèches (105°C)	NF ISO 11465	65.8 %	m/m
(a) Fraction inférieure à 2 mm	Tamissage	74.5 %	
<b>GRANULOMETRIE LASER (sur fraction brute &lt;2 mm)</b>			
(b) * Fraction inférieure à 2 µm	ISO 13320	3.5 %	
(b) * Fraction inférieure à 10 µm	ISO 13320	17.8 %	
(b) * Fraction inférieure à 63 µm	ISO 13320	37.1 %	
(b) * Fraction inférieure à 125 µm	ISO 13320	51.6 %	
(b) * Fraction inférieure à 250 µm	ISO 13320	78.3 %	
(b) * Fraction inférieure à 500 µm	ISO 13320	92.5 %	
(b) * Fraction inférieure à 1000 µm	ISO 13320	99.0 %	
(b) * Fraction inférieure à 2000 µm	ISO 13320	100 %	
(a) Densité	Mesure apparente	1.32/	
<b>METAUX</b>			
(e) Méthyl mercure	GC/ICP-MS	<0.02 mg/kg	
<b>METAUX (Sur fraction &lt;2mm Minéralisation selon NF EN 13346)</b>			
(b) * Mercure	NF EN ISO 17852	0.06 mg/kg/sec	
<b>METAUX (Sur fraction &lt;2mm Minéralisation selon NF X 31-147)</b>			
(b) * Aluminium	NF EN ISO 11885	3.03 %	
(b) * Arsenic	NF EN ISO 11885	7 mg/kg/sec	
(b) * Cadmium	NF EN ISO 5961	0.1 mg/kg/sec	
(b) Chrome	NF EN ISO 11885	26 mg/kg/sec	
(b) Cuivre	NF EN ISO 11885	5 mg/kg/sec	
(b) Etain	NF EN ISO 17294	2.0 mg/kg/sec	
(b) Nickel	NF EN ISO 11885	12 mg/kg/sec	
(b) Plomb	NF EN ISO 11885	15 mg/kg/sec	
(b) Zinc	NF EN ISO 11885	63 mg/kg/sec	
<b>ORGANOCHLORES ET APPARENTES</b>			
(b) * DDE op'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * DDE pp'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * DDD op'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * DDD pp'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) Trifluraline	GC/MS/MS	<10.0 µg/kg/sec	

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 6 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-002

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
<b>ORGANOCHLORES ET APPARENTES</b>			
(b) * PCB 28	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 52	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 101	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 118	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 153	GC/MS/MS	1.10 µg/kg/sec	
(b) * PCB 138	GC/MS/MS	1.20 µg/kg/sec	
(b) * PCB 180	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * alpha-HCH	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * beta-HCH	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Hexachlorobenzène	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * gamma-HCH (Lindane)	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Aldrine	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Isodrine	GC/MS/MS	<2.0 µg/kg/sec	
(b) * Endosulfan alpha	GC/MS/MS	<2.0 µg/kg/sec	
(b) * Dieldrine	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Endrine	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Endosulfan bêta	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * DDT op'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) Endosulfan sulfate	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) Endosulfan total	GC/MS/MS	<4.0 µg/kg/sec	
(b) * DDT pp'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * HCH delta	GC/MS/MS	<1.00 µg/kg/sec	
<b>ORGANOETAINS (exprimés en étain sur sec)</b>			
(b) * Monobutylétain (MBT)	XP T 90-250 mod.	<2.0 µg Sn/kg/sec	
(b) * Dibutylétain (DBT)	XP T 90-250 mod.	2.4 µg Sn/kg/sec	
(b) * Tributylétain (TBT)	XP T 90-250 mod.	6.0 µg Sn/kg/sec	
(b) Triphénylétain (TPhT)	XP T 90-250 mod.	<2.0 µg Sn/kg/sec	
<b>DIVERS ORGANIQUES</b>			
(b) Hexabromocyclododecane (HBCDDs) (Somme des 3)	GC/MS-CInégative	<10.00 µg/kg/sec	
<b>PHENOLS ET DERIVES</b>			
(b) Pentachlorophénol	GC/MS	<10.0 µg/kg/sec	
<b>ALKYLPHENOLS</b>			
(b) Tétrabromobisphénol A	GC/MS	<10.0 µg/kg/sec	
(b) Nonylphénol (mélange technique)	GC/MS	<100 µg/kg/sec	
(b) 4-tert-octylphénol	GC/MS	<10.0 µg/kg/sec	
(b) 4-n-octylphénol	GC/MS	<10.0 µg/kg/sec	

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 7 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-002

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
<b>ALKYLPHENOLS</b>			
(b) 4-para-nonylphénol	GC/MS	<100	µg/kg/sec
(b) 4-n-nonylphénol	GC/MS	<10.0	µg/kg/sec
<b>PHTALATES</b>			
(b) Diéthylhexylphtalate (DEHP ou DOP)	GC/MS	121	µg/kg/sec
<b>POLYBROMODIPHENYLEETHERS</b>			
(b) BDE 154	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 183	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 28	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 197	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 206	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 207	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 47	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 77	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 99	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 100	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 153	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 209	GC/MS-CInégative	<25.0	µg/kg/sec
<b>DIOXINES FURANES</b>			
(b) Dioxines et furanes	GC/HRMS	rapport/	
<b>HYDROCARBURES POLYCYCLIQUES AROMATIQUES</b>			
(b) Naphtalène	XP X 33-012	<1.00	µg/kg/sec
(b) * Acénaphène	XP X 33-012	<2.00	µg/kg/sec
(b) * Fluorène	XP X 33-012	<5.00	µg/kg/sec
(b) * Phénanthrène	XP X 33-012	66.8	µg/kg/sec
(b) * Anthracène	XP X 33-012	20.4	µg/kg/sec
(b) * Fluoranthène	XP X 33-012	123	µg/kg/sec
(b) * Pyrène	XP X 33-012	115	µg/kg/sec
(b) * Benzo (a) anthracène	XP X 33-012	64.7	µg/kg/sec
(b) * Chrysène	XP X 33-012	66.6	µg/kg/sec
(b) * Benzo (b) fluoranthène	XP X 33-012	79.9	µg/kg/sec
(b) * Benzo (k) fluoranthène	XP X 33-012	32.7	µg/kg/sec
(b) * Benzo (a) pyrène	XP X 33-012	67.0	µg/kg/sec
(b) * Dibenzo (a,h) anthracène	XP X 33-012	9.93	µg/kg/sec
(b) * Benzo (g,h,i) périlène	XP X 33-012	35.1	µg/kg/sec
(b) * Indéno (1,2,3-cd) pyrène	XP X 33-012	48.1	µg/kg/sec
(b) Acénaphylène	XP X 33-012	<10.0	µg/kg/sec

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 8 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-002

Observation(s) : Analyse du methyl-mercure sous traitée

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 9 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-003

Date de prélèvement : 29/08/2018      Heure de prélèvement : 09:00  
Remis par : Client  
Date de remise au laboratoire : 05/09/2018  
Date de mise en analyse de l'échantillon : 05/09/2018  
Référence échantillon : Analyse sur sédiment - SAINT MALO - LES SABLONS V 36

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
(a) * Carbone organique	NF ISO 14235	1.68 %	m/m/sec
(a) * Matières sèches (105°C)	NF ISO 11465	50.8 %	m/m
(a) Fraction inférieure à 2 mm	Tamissage	95.7 %	
<b>GRANULOMETRIE LASER (sur fraction brute &lt;2 mm)</b>			
(b) * Fraction inférieure à 2 µm	ISO 13320	6.7 %	
(b) * Fraction inférieure à 10 µm	ISO 13320	31.9 %	
(b) * Fraction inférieure à 63 µm	ISO 13320	62.7 %	
(b) * Fraction inférieure à 125 µm	ISO 13320	78.6 %	
(b) * Fraction inférieure à 250 µm	ISO 13320	94.1 %	
(b) * Fraction inférieure à 500 µm	ISO 13320	98.4 %	
(b) * Fraction inférieure à 1000 µm	ISO 13320	99.9 %	
(b) * Fraction inférieure à 2000 µm	ISO 13320	100 %	
(a) Densité	Mesure apparente	1.26/	
<b>METAUX</b>			
(e) Méthyl mercure	GC/ICP-MS	<0.02 mg/kg	
<b>METAUX (Sur fraction &lt;2mm Minéralisation selon NF EN 13346)</b>			
(b) * Mercure	NF EN ISO 17852	0.02 mg/kg/sec	
<b>METAUX (Sur fraction &lt;2mm Minéralisation selon NF X 31-147)</b>			
(b) * Aluminium	NF EN ISO 11885	3.63 %	
(b) * Arsenic	NF EN ISO 11885	10 mg/kg/sec	
(b) * Cadmium	NF EN ISO 5961	0.1 mg/kg/sec	
(b) Chrome	NF EN ISO 11885	47 mg/kg/sec	
(b) Cuivre	NF EN ISO 11885	8 mg/kg/sec	
(b) Etain	NF EN ISO 17294	3.2 mg/kg/sec	
(b) Nickel	NF EN ISO 11885	18 mg/kg/sec	
(b) Plomb	NF EN ISO 11885	21 mg/kg/sec	
(b) Zinc	NF EN ISO 11885	90 mg/kg/sec	
<b>ORGANOCHLORES ET APPARENTES</b>			
(b) * DDE op'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * DDE pp'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * DDD op'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * DDD pp'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) Trifluraline	GC/MS/MS	<10.0 µg/kg/sec	

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 10 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-003

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
<b>ORGANOCHLORES ET APPARENTES</b>			
(b) * PCB 28	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 52	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 101	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 118	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 153	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 138	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * PCB 180	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * alpha-HCH	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * beta-HCH	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Hexachlorobenzène	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * gamma-HCH (Lindane)	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Aldrine	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Isodrine	GC/MS/MS	<2.0 µg/kg/sec	
(b) * Endosulfan alpha	GC/MS/MS	<2.0 µg/kg/sec	
(b) * Dieldrine	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Endrine	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * Endosulfan bêta	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * DDT op'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) Endosulfan sulfate	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) Endosulfan total	GC/MS/MS	<4.0 µg/kg/sec	
(b) * DDT pp'	GC/MS/MS	<1.0 µg/kg/sec	
(b) * HCH delta	GC/MS/MS	<1.00 µg/kg/sec	
<b>ORGANOETAINS (exprimés en étain sur sec)</b>			
(b) * Monobutylétain (MBT)	XP T 90-250 mod.	<2.0 µg Sn/kg/sec	
(b) * Dibutylétain (DBT)	XP T 90-250 mod.	4.6 µg Sn/kg/sec	
(b) * Tributylétain (TBT)	XP T 90-250 mod.	5.7 µg Sn/kg/sec	
(b) Triphénylétain (TPhT)	XP T 90-250 mod.	<2.0 µg Sn/kg/sec	
<b>DIVERS ORGANIQUES</b>			
(b) Hexabromocyclododecane (HBCDDs) (Somme des 3)	GC/MS-CInégative	<10.00 µg/kg/sec	
<b>PHENOLS ET DERIVES</b>			
(b) Pentachlorophénol	GC/MS	<10.0 µg/kg/sec	
<b>ALKYLPHENOLS</b>			
(b) Tétrabromobisphénol A	GC/MS	<10.0 µg/kg/sec	
(b) Nonylphénol (mélange technique)	GC/MS	<100 µg/kg/sec	
(b) 4-tert-octylphénol	GC/MS	<10.0 µg/kg/sec	
(b) 4-n-octylphénol	GC/MS	<10.0 µg/kg/sec	

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 11 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-003

PARAMETRES	METHODES	RESULTATS	UNITE
<b>ALKYLPHENOLS</b>			
(b) 4-para-nonylphénol	GC/MS	<100	µg/kg/sec
(b) 4-n-nonylphénol	GC/MS	<10.0	µg/kg/sec
<b>PHTALATES</b>			
(b) Diéthylhexylphtalate (DEHP ou DOP)	GC/MS	209	µg/kg/sec
<b>POLYBROMODIPHENYLEETHERS</b>			
(b) BDE 154	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 183	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 28	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 197	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 206	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 207	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 47	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 77	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 99	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 100	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 153	GC/MS-CInégative	<1.0	µg/kg/sec
(b) BDE 209	GC/MS-CInégative	<25.0	µg/kg/sec
<b>DIOXINES FURANES</b>			
(b) Dioxines et furanes	GC/HRMS	rapport/	
<b>HYDROCARBURES POLYCYCLIQUES AROMATIQUES</b>			
(b) Naphtalène	XP X 33-012	3.53	µg/kg/sec
(b) * Acénaphène	XP X 33-012	5.27	µg/kg/sec
(b) * Fluorène	XP X 33-012	7.73	µg/kg/sec
(b) * Phénanthrène	XP X 33-012	65.5	µg/kg/sec
(b) * Anthracène	XP X 33-012	29.3	µg/kg/sec
(b) * Fluoranthène	XP X 33-012	180	µg/kg/sec
(b) * Pyrène	XP X 33-012	142	µg/kg/sec
(b) * Benzo (a) anthracène	XP X 33-012	85.5	µg/kg/sec
(b) * Chrysène	XP X 33-012	83.5	µg/kg/sec
(b) * Benzo (b) fluoranthène	XP X 33-012	92.1	µg/kg/sec
(b) * Benzo (k) fluoranthène	XP X 33-012	49.9	µg/kg/sec
(b) * Benzo (a) pyrène	XP X 33-012	88.6	µg/kg/sec
(b) * Dibenzo (a,h) anthracène	XP X 33-012	11.5	µg/kg/sec
(b) * Benzo (g,h,i) périlène	XP X 33-012	53.4	µg/kg/sec
(b) * Indéno (1,2,3-cd) pyrène	XP X 33-012	64.7	µg/kg/sec
(b) Acénaphthylène	XP X 33-012	<10.0	µg/kg/sec

## Rapport d'analyse N°841257

N° Client :  
Affaire suivie par :  
ROUEN, le 05/02/2019  
Page : 12 / 24

DDTM ILLE ET VILAINE  
DML/CELLULE CQEL  
1 RUE DE LA CROSSE  
35417 SAINT MALO

Echantillon N° : 841257-003

Observation(s) : Analyse du methyl-mercure sous traitée



ALPA CHIMIES  
MICROPOLLUANTS

## ALPA CHIMIES MICROPOLLUANTS

49, rue Mustel - 76000 - ROUEN - Tél. : 02.32.10.22.44  
SASU au capital de 5000€ - SIRET 841 281 264 00017  
APE 7120B – RCS Nantes 841 281 264 – TVA : FR 28 841 281 264

# RAPPORT N° : 841257

ROUEN, le 5 Février 2019

<p><b>RAPPORT D'ANALYSE DE</b> <b>POLYCHLORODIBENZO-p-DIOXINES</b> <b>et POLYCHLORODIBENZOFURANES</b></p>
---

### 1 Objet

Echantillons de : sédiments

Remis par et pour le compte de : DDTM Ille et Vilaine, DML / Cellule CQEL, 35417 Sain tMalo

N° du client payeur :

Date de réception des échantillons au Laboratoire : 05 / 09 / 2018

Références des échantillons :

Analyses de dioxines

- 841257-001 : SAINT MALO - PORT (MOYENNE DES 4 BASSINS) C33
- 841257-002 : SAINT MALO - AVANT PORT C 34
- 841257-003 : SAINT MALO - LES SABLONS V 36
- 841257-004 : DINARD - PORT DE PLAISANCE LE PRIEURE V21
- 841257-005 : SAINT BRIAC - PORT DE PLAISANCE LE FREMUR V 21
- 841257-006 : CANCALE - PORT DE PECHE CANCALE P 21

La responsabilité du Laboratoire se limite à l'analyse et les résultats figurant sur ce rapport ne sont représentatifs que de l'échantillon transmis au Laboratoire.

Ce rapport ne concerne que les échantillons soumis à l'analyse.

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous la forme de fac similé photographique intégral.

Ce rapport ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du Laboratoire.

Ce rapport comprend : 10 pages et 0 annexe(s).

# ALPA CHIMIES MICROPOLLUANTS

49, rue Mustel - 76000 - ROUEN

RAPPORT N ° : 841257

## 2 Abréviations et définitions utilisées

PCDD : polychlorodibenzo-p-dioxine.

PCDF : polychlorodibenzofurane.

TCDD : tétrachlorodibenzo-p-dioxine.

PeCDD : pentachlorodibenzo-p-dioxine.

HxCDD : hexachlorodibenzo-p-dioxine.

HpCDD : heptachlorodibenzo-p-dioxine.

OCDD : octachlorodibenzo-p-dioxine.

TCDF : tétrachlorodibenzofurane.

PeCDF : pentachlorodibenzofurane.

HxCDF : hexachlorodibenzofurane.

HpCDF : heptachlorodibenzofurane.

OCDF : octachlorodibenzofurane.

Congénère : chacun des 210 PCDD.

Congénères toxiques : les 17 congénères de PCDD/PCDF substitués au moins en 2,3,7,8 par du chlore.

Marquage : addition d'étalon de PCDD et PCDF marqués au  $^{13}\text{C}_{12}$ .

TEF : Facteur d'Equivalence Toxique, facteur de pondération permettant d'exprimer la toxicité d'un congénère relativement à celle du congénère le plus toxique, la 2,3,7,8 TCDD.

TEQ : Quantité Toxique Equivalente obtenue en pondérant la masse calculée par le facteur correspondant TEF.

## 3 Méthodes d'analyse

### 3.1 Référentiel :

Les purifications et dosages ont été effectués selon les exigences des normes EPA 1613.

Les valeurs utilisées pour la quantification indiquées après les signes « < » sont établies selon les prescriptions de la norme EPA 1613.

Les facteurs d'équivalence toxique (TEF) utilisés dans ce rapport sont ceux de la liste :

- OTAN (1994) pour les dioxines/furanes

### 3.2 Préparations :

#### 3.2.1 Préparations, extractions et marquage:

- broyage, lyophilisation et homogénéisation de l'échantillon,
- marquage de la prise d'essai par une solution calibrée de 15 congénères de dioxines et furanes marqués au  $^{13}\text{C}_{12}$ .
- extraction par un mélange de solvant sous pression à chaud.

#### 3.2.2 Concentrations et purifications, étalons internes :

les concentrations des extraits sont effectuées au Turbovap®;

purifications :

- sur silice,
- silice basique

# ALPA CHIMIES MICROPOLLUANTS

49, rue Mustel - 76000 - ROUEN

RAPPORT N ° : 841257

- silice acide,
- colonne de florisil
- concentration et reprises par du nonane;

ajout des étalons internes (2 congénères de dioxines marqués au  $^{13}\text{C}_{12}$ ) et injection;

## 3.3 Dosages :

### 3.3.1 Conditions opératoires

#### - chromatographie en phase gazeuse

chromatographe en phase gazeuse Trace 1310

colonne DB-5 MS, 60 m x 0.25 mm, 0.25  $\mu\text{m}$

gaz vecteur : hélium

injecteur : Split / Splitless

#### - spectrométrie de masse

spectromètre de masse : DFS

mode d'ionisation : impact électronique

énergie des électrons : 45 eV

résolution : 10000 à 10 % de vallée.

### 3.3.2 Quantifications

Chacun des 17 congénères dosé a été quantifié par rapport à son isomère marqué au carbone 13 ajouté avant extraction ou purification, ou par rapport au congénère le plus proche selon NF EN 1948-3 à l'exception de l'Octachlorodibenzofurane qui est quantifié par rapport à la  $^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD.

# ALPA CHIMIES MICROPOLLUANTS

49, rue Mustel - 76000 - ROUEN

RAPPORT N ° : 841257

## 3.4 Compositions des marqueurs et étalons internes :

### 3.4.1 marqueurs avant extraction

composition :

$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TCDF
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF
$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF

Le taux de réapparition du congénère  $^{13}\text{C}_{12}$ -OCDF n'est pas quantifié et le congénère natif est quantifié par  $^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD.

Le taux de réapparition du congénère  $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD n'est pas quantifié et le congénère natif est quantifié par  $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD.

### 3.4.2 étalons internes

composition :

$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-TCDD
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD

## 4 Conservation des échantillons

Les échantillons ont été réceptionnés au laboratoire Alpa Chimies à la date indiquée où ils ont été conservés en chambre froide. Les échantillons ont été préparés par le personnel des services dioxines, réception ou agro en fonction de sa nature. Les échantillons ont été extraits et quantifiés par le personnel du service dioxine. Les extraits ont ensuite été conservés au réfrigérateur et à l'abri de la lumière. Les échantillons seront détruits trois mois après rendu des résultats sauf demande contraire du client.

# ALPA CHIMIES MICROPOLLUANTS

49, rue Mustel - 76000 - ROUEN

RAPPORT N ° : 841257

## 5 Résultats :

**Tableau 1 Dioxines / Furanes:** 841257-001 : SAINT MALO - PORT (MOYENNE DES 4 BASSINS) C33

<b>841257-001</b>		<b>Matrice :</b> Sediments				
		<b>Prise d'essai :</b> 1,5323				
		<b>Unité de la prise d'essai :</b> g de matière sèche				
Date d'ajout des marqueurs avant extraction :		13/12/2018		Taux de matière sèche :		100,0%
Position du marquage :		Avant extraction				
Date d'ajout des étalons internes :		17/12/2018		Volume final de l'extrait (µl) :		20
Date d'analyse :		19/12/2018		Volume d'extrait à l'injection (µl) :		20
PCDD / PCDF	Concentration	Taux de récupération du marqué	Facteur équivalent de toxicité	Estimation inférieure (1)	Estimation intermédiaire (2)	Estimation supérieure (3)
Unités	pg par g de matière sèche	%	OTAN I	pg OTAN I-TEQ par g de matière sèche		
<b>Dioxines</b>						
2378-TCDD	< 0.160	55,0%	1	0.000	0.080	0.160
12378-PeCDD	0.540	85,0%	0,5	0.270	0.270	0.270
123478-HxCDD	1.53	65,0%	0,1	0.153	0.153	0.153
123678-HxCDD	5.81	69,0%	0,1	0.581	0.581	0.581
123789-HxCDD	0.96	X	0,1	0.0960	0.0960	0.0960
1234678-HpCDD	122	64,0%	0,01	1.22	1.22	1.22
OCDD	792	46,0%	0,001	0.792	0.792	0.792
<b>Furanes</b>						
2378-TCDF	7.89	37,0%	0,1	0.789	0.789	0.789
12378-PeCDF	3.91	80,0%	0,05	0.196	0.196	0.196
23478-PeCDF	6.67	90,0%	0,5	3.34	3.34	3.34
123478-HxCDF	11.1	63,0%	0,1	1.11	1.11	1.11
123678-HxCDF	3.08	70,0%	0,1	0.308	0.308	0.308
234678-HxCDF	4.95	66,0%	0,1	0.495	0.495	0.495
123789-HxCDF	< 0.330	71,0%	0,1	0.000	0.0165	0.0330
1234678-HpCDF	45.7	58,0%	0,01	0.457	0.457	0.457
1234789-HpCDF	0.81	54,0%	0,01	0.00810	0.00810	0.00810
OCDF	70.3	X	0,001	0.0703	0.0703	0.0703
<b>Somme des dioxines et furanes, en TEQ :</b>		<b>pg OTAN I-TEQ par g de matière sèche</b>		<b>9.89</b>	<b>9.98</b>	<b>10.1</b>
<b>Commentaires remarques...</b>						
<b>Expression des résultats :</b>						
1) en considérant que la masse des congénères mesurés dont la concentration est inférieure au seuil de quantification est égale à zéro						
2) en considérant que la masse des congénères mesurés dont la concentration est inférieure au seuil de quantification est égale à la moitié du seuil de quantification						
3) en considérant que la masse des congénères mesurés dont la concentration est inférieure au seuil de quantification est égale au seuil de quantification						
Caractère " < " Concentration inférieure à la limite de quantification						

**ALPA CHIMIES MICROPOLLUANTS**  
**49, rue Mustel - 76000 - ROUEN**  
**RAPPORT N ° : 841257**

**Tableau 2 Dioxines / Furanes: 841257-002 : SAINT MALO - AVANT PORT C 34**

<b>841257-002</b>	<b>Matrice :</b> Sediments					
	<b>Prise d'essai :</b> 1,7948					
	<b>Unité de la prise d'essai :</b> g de matière sèche					
Date d'ajout des marqueurs avant extraction :		13/12/2018	Taux de matière sèche :		100,0%	
Position du marquage :		Avant extraction				
Date d'ajout des étalons internes :		17/12/2018	Volume final de l'extrait (µl) :		20	
Date d'analyse :		19/12/2018	Volume d'extrait à l'injection (µl) :		20	
PCDD / PCDF	Concentration	Taux de récupération du marqué	Facteur équivalent de toxicité	Estimation inférieure (1)	Estimation intermédiaire (2)	Estimation supérieure (3)
Unités	pg par g de matière sèche	%	OTAN I	pg OTAN I-TEQ par g de matière sèche		
<b>Dioxines</b>						
2378-TCDD	< 0.060	62,0%	1	0.000	0.0300	0.0600
12378-PeCDD	< 0.67	82,0%	0,5	0.000	0.168	0.335
123478-HxCDD	0.420	72,0%	0,1	0.0420	0.0420	0.0420
123678-HxCDD	4.55	80,0%	0,1	0.455	0.455	0.455
123789-HxCDD	3.64	X	0,1	0.364	0.364	0.364
1234678-HpCDD	206	62,0%	0,01	2.06	2.06	2.06
OCDD	2,740	50,0%	0,001	2.74	2.74	2.74
<b>Furanes</b>						
2378-TCDF	0.400	50,0%	0,1	0.0400	0.0400	0.0400
12378-PeCDF	0.530	78,0%	0,05	0.0265	0.0265	0.0265
23478-PeCDF	0.70	84,0%	0,5	0.350	0.350	0.350
123478-HxCDF	5.32	72,0%	0,1	0.532	0.532	0.532
123678-HxCDF	1.20	80,0%	0,1	0.120	0.120	0.120
234678-HxCDF	1.14	76,0%	0,1	0.114	0.114	0.114
123789-HxCDF	< 0.280	62,0%	0,1	0.000	0.0140	0.0280
1234678-HpCDF	13.6	64,0%	0,01	0.136	0.136	0.136
1234789-HpCDF	< 0.280	58,0%	0,01	0.000	0.00140	0.00280
OCDF	24.1	X	0,001	0.0241	0.0241	0.0241
<b>Somme des dioxines et furanes, en TEQ :</b>		<b>pg OTAN I-TEQ par g de matière sèche</b>		<b>7.00</b>	<b>7.22</b>	<b>7.43</b>
<b>Commentaires remarques...</b>						
<b>Expression des résultats :</b>						
1) en considérant que la masse des congénères mesurés dont la concentration est inférieure au seuil de quantification est égale à zéro						
2) en considérant que la masse des congénères mesurés dont la concentration est inférieure au seuil de quantification est égale à la moitié du seuil de quantification						
3) en considérant que la masse des congénères mesurés dont la concentration est inférieure au seuil de quantification est égale au seuil de quantification						
Caractère " < " Concentration inférieure à la limite de quantification						

**ALPA CHIMIES MICROPOLLUANTS**  
**49, rue Mustel - 76000 - ROUEN**  
**RAPPORT N ° : 841257**

**Tableau 3 Dioxines / Furanes: 841257-003 : SAINT MALO - LES SABLONS V 36**

<b>841257-003</b>		<b>Matrice :</b> Sediments				
		<b>Prise d'essai :</b> 1,5306				
		<b>Unité de la prise d'essai :</b> g de matière sèche				
Date d'ajout des marqueurs avant extraction :		13/12/2018		Taux de matière sèche :		100,0%
Position du marquage :		Avant extraction				
Date d'ajout des étalons internes :		17/12/2018		Volume final de l'extrait (µl) :		20
Date d'analyse :		19/12/2018		Volume d'extrait à l'injection (µl) :		20
PCDD / PCDF	Concentration	Taux de récupération du marqué	Facteur équivalent de toxicité	Estimation inférieure (1)	Estimation intermédiaire (2)	Estimation supérieure (3)
Unités	pg par g de matière sèche	%	OTAN I	pg OTAN I-TEQ par g de matière sèche		
<b>Dioxines</b>						
2378-TCDD	< 0.080	61,0%	1	0.000	0.0400	0.0800
12378-PeCDD	< 0.330	73,0%	0,5	0.000	0.083	0.165
123478-HxCDD	< 0.330	70,0%	0,1	0.000	0.0165	0.0330
123678-HxCDD	0.430	76,0%	0,1	0.0430	0.0430	0.0430
123789-HxCDD	< 0.330	X	0,1	0.000	0.0165	0.0330
1234678-HpCDD	13.8	59,0%	0,01	0.138	0.138	0.138
OCDD	74.1	49,0%	0,001	0.0741	0.0741	0.0741
<b>Furanes</b>						
2378-TCDF	0.68	47,0%	0,1	0.0680	0.0680	0.0680
12378-PeCDF	0.520	72,0%	0,05	0.0260	0.0260	0.0260
23478-PeCDF	0.79	80,0%	0,5	0.395	0.395	0.395
123478-HxCDF	0.470	71,0%	0,1	0.0470	0.0470	0.0470
123678-HxCDF	0.360	73,0%	0,1	0.0360	0.0360	0.0360
234678-HxCDF	0.500	71,0%	0,1	0.0500	0.0500	0.0500
123789-HxCDF	< 0.330	60,0%	0,1	0.000	0.0165	0.0330
1234678-HpCDF	2.51	59,0%	0,01	0.0251	0.0251	0.0251
1234789-HpCDF	< 0.330	48,0%	0,01	0.000	0.00165	0.00330
OCDF	2.88	X	0,001	0.00288	0.00288	0.00288
<b>Somme des dioxines et furanes, en TEQ :</b>		<b>pg OTAN I-TEQ par g de matière sèche</b>		<b>0.905</b>	<b>1.08</b>	<b>1.25</b>
<b>Commentaires remarques...</b>						
<b>Expression des résultats :</b>						
1) en considérant que la masse des congénères mesurés dont la concentration est inférieure au seuil de quantification est égale à zéro						
2) en considérant que la masse des congénères mesurés dont la concentration est inférieure au seuil de quantification est égale à la moitié du seuil de quantification						
3) en considérant que la masse des congénères mesurés dont la concentration est inférieure au seuil de quantification est égale au seuil de quantification						
Caractère " < " Concentration inférieure à la limite de quantification						