



Campagne nationale de mesure de l'occurrence de composés émergents dans les eaux conditionnées

Campagne 2013-2015

Demande : Programme de travail des laboratoires : 2013-2014

Saisine 2018-SA-0222

RAPPORT d'appui scientifique et technique

Juillet 2018

Mots clés

Eaux conditionnées - Contaminants émergents - Campagne d'occurrence - France
Bottled water – Emerging pollutants – Occurrence - France

Présentation des intervenants

PARTICIPATION ANSES

Coordination scientifique

Mme Laure PASQUINI – Ingénieur Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mr Christophe ROSIN – Adjoint chef d'unité chimie des eaux – Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Contribution scientifique

Mme Cristina BACH – Ingénieur Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Virginie BOITEUX – Ingénieur Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mr Thierry CHESNOT – Adjoint chef d'unité microbiologie des eaux Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Marie-Christelle CLAVOS – Technicienne Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Adeline COLIN – Technicienne Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mr Xavier DAUCHY – Chef d'unité chimie des eaux - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Stéphanie ETIENNE – Ingénieur Microbiologie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Alexandra GARNIER – Technicienne Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mr Benoit GASSILLOUD – Chef d'unité microbiologie des eaux - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Jessica HEMARD – Technicienne Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Caroline HOLLARD – Technicienne Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mr Jean-François MUNOZ – Directeur LHN – Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Christelle PALLEZ – Ingénieur Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mr Jean-Sébastien PY – Ingénieur Chimie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Emmanuelle RION – Technicienne Microbiologie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Mme Amandine WILHELM – Technicienne Microbiologie - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

Secrétariat administratif

Mme MARCHAL-MAUER Sophie – Documentaliste – Laboratoire d'Hydrologie de Nancy – Anses

CONTRIBUTIONS EXTÉRIEURES À L'AGENCE

Mme Sophie LARDY-FONTAN – Direction de la métrologie scientifique et industrielle – Laboratoire national de métrologie et d'essais : réalisation des analyses de résidus de médicaments dans les eaux conditionnées

SOMMAIRE

Présentation des intervenants	3
Synthèse.....	5
Sigles et abréviations	6
Liste des tableaux.....	7
Liste des figures	7
1 Contexte, objet et modalités de réalisation des travaux	8
1.1 Contexte et objet de la demande.....	8
1.2 Modalités de traitement : moyens mis en œuvre et organisation.....	8
1.2.1 Paramètres analysés	8
1.2.2 Caractéristiques des eaux conditionnées analysées.....	10
1.2.3 Méthodes analytiques	11
1.2.3.1 Analyses chimiques.....	11
1.2.3.2 Analyses microbiologiques	12
2 Résultats	15
2.1 Paramètres chimiques	15
2.1.1 Acides haloacétiques (HAA)	18
2.1.2 Alkylphénols et bisphénols.....	19
2.1.3 Alkyles per- et poly-fluorés.....	19
2.1.4 Nitrosamines	21
2.1.5 Pesticides et métabolites	22
2.1.6 Phtalates et adipate	23
2.1.7 Résidus pharmaceutiques.....	24
2.1.8 Perchlorate.....	25
2.1.9 Chrome hexavalent.....	26
2.1.10 Autres métaux.....	27
2.2 Paramètres microbiologiques	29
3 Bilan et conclusions.....	30
4 Remerciements	31
5 Bibliographie	32
5.1 Publications.....	32
5.2 Normes.....	36
5.3 Législation et réglementation.....	36
ANNEXES	37
Annexe 1 : Lettre de la demande	38
Annexe 2 : Composés analysés et performances des méthodes mises en œuvre.....	39
Annexe 3 : Comparaison des résultats avec ceux obtenus par la chambre syndicale des eaux minérales et le syndicat des eaux de source.	43

Synthèse

Cette campagne nationale exploratoire visant les micropolluants organiques et minéraux dans les eaux conditionnées a été réalisée, à la demande de la Direction Générale de la Santé, par le Laboratoire d'Hydrologie de Nancy (LHN) de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (Anses) entre 2013 et 2015. Dans le cadre de ses activités de laboratoire national de référence, ces travaux ont pour objectif d'améliorer la connaissance sur les niveaux de contamination des eaux conditionnées. Les données acquises complètent les campagnes nationales déjà menées dans les eaux destinées à la consommation humaine (EDCH), et sont nécessaires pour l'évaluation des expositions.

Cette campagne a porté sur 166 échantillons d'eaux (eaux minérales naturelles, eaux de source ou eaux rendues potables par traitement) représentant l'ensemble des eaux conditionnées produites en France, quelques eaux mises en bonbonnes, ainsi que huit eaux étrangères (Italie, Belgique, Luxembourg) commercialisées en France.

145 composés organiques et minéraux ont été analysés (phtalates et un adipate, alkylphénols et bisphénols, nitrosamines, pesticides, acides haloacétiques, alkyles poly- et perfluorés, résidus médicamenteux, éléments inorganiques : chrome total, chrome VI, perchlorate et quelques métaux), ainsi que des paramètres microbiologiques non recherchés dans le cadre du contrôle sanitaire, mais potentiellement d'intérêt du fait de leur caractère pathogène et de leur tropisme hydrique. Il s'agit de *Campylobacter jejuni*, *Campylobacter coli*, *Escherichia coli* entérohémorragiques, adénovirus, norovirus, entérovirus. En complément, des paramètres indicateurs de la qualité microbiologique des eaux conditionnées ont été suivis au travers de la flore aérobie revivable (22°C et 36°C) et de la bactérie *Pseudomonas aeruginosa*.

Au total, plus de 30 000 résultats ont été obtenus. Sur les 145 composés chimiques recherchés, hors métaux, 119 n'ont jamais été retrouvés à des concentrations supérieures aux limites de quantification. Sur les 166 eaux analysées, 127 ont présenté des résultats négatifs (inférieurs à la limite de quantification) pour l'ensemble des composés recherchés, hors métaux. Les quelques composés détectés se situaient en-dessous du microgramme par litre, et les composés les plus fréquemment identifiés ont été les pesticides et leurs métabolites. Les fréquences de quantification observées dans les eaux minérales naturelles et les eaux de source ne sont pas apparues significativement différentes.

Au niveau microbiologique, la recherche de *Pseudomonas aeruginosa* est restée négative pour l'ensemble des échantillons analysés. De même, aucune bactérie pathogène spécifiquement ciblée lors de cette campagne n'a été mise en évidence. La recherche des génomes viraux a également conduit à des résultats négatifs à l'exception de 4 échantillons qui se sont révélés positifs en Adénovirus A-F. Les essais complémentaires menés sur ces échantillons ont montré d'une part qu'il ne s'agissait pas d'adénovirus appartenant aux sérogroupes 40 et 41 et d'autre part qu'il n'était pas possible de mettre en évidence des formes cultivables par culture cellulaire.

Sigles et abréviations

ANSES :	Agence Nationale de Sécurité Sanitaire Alimentation-Environnement-Travail
ARS :	Agence Régionale de Santé
DGS :	Direction Générale de la Santé
EDCH :	Eau destinée à la consommation humaine
EFSA :	European Food Safety Authority
EMN :	Eau minérale naturelle
ERPT :	Eau rendue potable par traitement
EN :	Norme Européenne
ES :	Eau de source
GC-MS :	Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse
HAA :	Acide haloacétique
IC-2D-MS :	Chromatographie ionique à deux dimensions couplée à la spectrométrie de masse
IC-PCR :	Réaction de polymérisation en chaine couplée à une étape préalable de culture
ISO :	Organisation internationale de normalisation
LC-MS/MS :	Chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem
LD :	Limite de détection
LHN :	Laboratoire d'Hydrologie de Nancy
LNE :	Laboratoire National de métrologie et d'Essai
LPTC :	Laboratoire de Physico- et Toxic-Chimie de l'environnement
LQ :	Limite de quantification
NF :	Norme Française
NM :	Non mesuré
OMS :	Organisation Mondiale de la Santé
PC :	Polycarbonate
qPCR :	Réaction de polymérisation en chaine quantitative
PET :	Polyéthylène téréphtalate
PFAS :	Alkyles poly- et per-fluorés
RT-qPCR :	PCR quantitative après transcription inverse
SPE :	Extraction sur phase solide
TIAC :	Toxi-Infections Alimentaires Collectives
VTEC :	<i>Escherichia coli</i> vérotoxino-gènes
MES :	Matières en suspension

Liste des tableaux

Tableau 1 : Liste des paramètres recherchés, nombre d'échantillons analysés et de résultats disponibles.	9
Tableau 2 : Méthodes, volumes, étapes de concentration des eaux, de détection des pathogènes et d'identification complémentaires utilisées dans le cadre de la campagne pour les indicateurs et les pathogènes bactériens.....	13
Tableau 3 : Méthodes, volumes, étapes de concentration des eaux, de détection des pathogènes et d'identification complémentaires utilisées dans le cadre de la campagne pour les virus entériques.....	14
Tableau 4 : Résultats par famille de composés. Concentrations maximales et moyennes des résultats quantifiés en µg/L (P pour plate, E pour effervescente).	17
Tableau 5 : Résultats de 16 métaux en eaux conditionnées.....	27
Tableau 6 : Pathogènes recherchés, nombre d'échantillons analysés et résultats obtenus.....	29
Tableau 7 : Résultats des confirmations opérées sur des échantillons supplémentaires positifs en Adénovirus A-F.....	29

Liste des figures

Figure 1 : Répartition des échantillons en fonction du type d'eau	10
Figure 2 : Résultats globaux, a) répartition des échantillons en fonction du nombre de composés quantifiés, b) nombre de quantifications par composés.....	16
Figure 3 : Concentrations en PFAS dans les échantillons positifs	21
Figure 4 : Concentrations en pesticides et métabolites dans les échantillons positifs	23
Figure 5 : Répartition des teneurs en chrome total.....	27

1 Contexte, objet et modalités de réalisation des travaux

1.1 Contexte et objet de la demande

Cette campagne nationale exploratoire sur les micropolluants organiques et minéraux dans les eaux conditionnées a été lancée en 2013 par le Laboratoire d'Hydrologie de Nancy (LHN) de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (Anses) à la demande de la Direction Générale de la Santé (DGS) dans le cadre de son programme de travail. Ces travaux visaient à améliorer les connaissances sur les niveaux de contamination des eaux conditionnées et à constituer une nouvelle déclinaison des campagnes nationales déjà menées dans les eaux destinées à la consommation humaine (EDCH). Cette campagne portait sur l'ensemble des eaux conditionnées produites en France, ainsi que sur 8 eaux produites hors du territoire national (Italie, Belgique, Luxembourg) commercialisées en France. Au total, 166 échantillons d'eaux (eaux minérales naturelles, EMN, eaux de source, ES, ou eaux rendues potables par traitement, ERPT) ont été analysés. Les Agences Régionales de Santé (ARS), et les établissements de conditionnement d'eau ont été associés à la collecte des échantillons.

Cette campagne a permis d'établir un état des lieux de l'occurrence de nombreuses substances et micro-organismes non réglementés, l'évolution des techniques analytiques rendant aujourd'hui possible la détection à l'état de traces d'un grand nombre de molécules et de micro-organismes d'intérêt. Les substances analysées couvraient de nombreuses familles ainsi que des bactéries et des virus :

- des acides haloacétiques,
- des alkylphénols et bisphénols,
- des alkyles poly- et perfluorés,
- des nitrosamines,
- des pesticides et métabolites de pesticides,
- des phtalates et un adipate,
- des résidus médicamenteux,
- des éléments inorganiques (Chrome total, Chrome VI, Perchlorate et quelques métaux),
- des bactéries indicatrices et/ou présentant un caractère pathogène : *Pseudomonas aeruginosa*, *Campylobacter jejuni*, *Campylobacter coli*, *Escherichia coli* entérohémorragiques.
- des virus entériques : Adénovirus A-F et plus spécifiquement les sérogroupes 40 et 41, Norovirus GI et GII, Entérovirus).

Il s'agit de la première étude nationale s'intéressant à un si grand nombre d'eaux conditionnées françaises, complétée par des eaux conditionnées hors du territoire national et commercialisées en France, et portant sur un large panel de familles de polluants et de micro-organismes. Une précédente enquête nationale avait été réalisée par le LHN en 2008, uniquement sur des eaux minérales naturelles et sur un nombre plus restreint de composés.

1.2 Modalités de traitement : moyens mis en œuvre et organisation

1.2.1 Paramètres analysés

Cette étude a porté sur huit familles de molécules chimiques, 5 paramètres bactériens et 3 virus entériques. Le tableau 1 donne le détail des paramètres étudiés, et le nombre d'échantillons analysés et de résultats disponibles. La liste détaillée des composés analysés et les limites de quantification associées sont présentées en annexe 2.

Le choix des composés chimiques analysés est issu principalement des travaux de hiérarchisation menés en préparation des campagnes nationales dans les eaux de consommation (ANSES 2011b, a, 2013b). Outre les données issues de la littérature scientifique et les précédentes campagnes nationales, des requêtes sur différentes bases de données (Sise-Eaux, ADES) ont permis d'affiner la liste des composés d'intérêt.

Concernant la sélection des paramètres microbiologiques pathogènes recherchés dans cette étude, le choix s'est porté sur une sélection de bactéries et de virus entériques à tropisme hydrique caractérisés par de faibles doses infectieuses (typiquement en dessous de 100 unités infectieuses). Ces micro-organismes ne font pas partie des paramètres associés au contrôle réglementaire des eaux conditionnées et en l'état des connaissances leur occurrence dans les eaux conditionnées n'a été que peu étudiée.

Tableau 1 : Liste des paramètres recherchés, nombre d'échantillons analysés et de résultats disponibles.

Familles chimiques / Micro-organismes	Nombre de paramètres	Nombre d'échantillons analysés	Nombre de résultats disponibles
Paramètres chimiques			
Acides haloacétiques	9	166	1 494
Alkylphénols et bisphénols	15	166	2 490
Alkyles per- et polyfluorés (PFAS)	32	166	5 312
Nitrosamines	9	165	1 485
Pesticides et métabolites	48	166	8 064
Phtalates et adipate	10	166	1 679
Résidus de Médicaments	20	166	3 360
Substances inorganiques (perchlorate, chrome VI, 16 métaux)	2 (+16 métaux)	166	2 778
Paramètres microbiologiques			
Virus entériques : - Adénovirus groupe A-F (dont sérogroupes 40 et 41) - Norovirus (GI et GII) - Entérovirus	3	160	480
Paramètres bactériens pathogènes : - <i>Campylobacter jejuni</i> , - <i>Campylobacter coli</i> , - <i>Escherichia coli</i> entérohémorragiques (VTEC)	3	160	480
Paramètres bactériens indicateurs : - <i>Pseudomonas aeruginosa</i> ¹ - Micro-organismes aérobies cultivables à 22 et 36°C	2	161	322

¹ La recherche de *Pseudomonas aeruginosa* a pu conduire à la mise en évidence d'autres espèces de *Pseudomonas*.

1.2.2 Caractéristiques des eaux conditionnées analysées

Les eaux conditionnées regroupent les eaux embouteillées et les eaux mises en bonbonnes. Trois qualités d'eau peuvent être conditionnées : les eaux minérales naturelles (EMN), les eaux de source (ES) et les eaux rendues potables par traitement (ERPT).

Les EMN et les ES sont obligatoirement des eaux souterraines, microbiologiquement saines, qui doivent être tenues à l'abri de tout risque de pollution. Ces eaux ne peuvent faire l'objet que de quelques traitements autorisés par la réglementation (séparation des constituants naturellement présents tels que le fer ou le soufre, notamment), la désinfection de l'eau étant interdite. Ces eaux doivent ainsi répondre à des exigences de qualité microbiologique très strictes.

Les EMN répondent également à des exigences de qualité physicochimique propres (pH, nitrates, pesticides, etc.). Elles se distinguent des autres eaux par la présence de minéraux, oligoéléments ou autres constituants, et témoignent d'une stabilité de leurs caractéristiques essentielles, c'est-à-dire que leur teneur en minéraux et autres constituants caractéristiques est stable dans le temps.

Les ES répondent, quant à elles, aux mêmes exigences de qualité physicochimique et radiologique que l'eau du robinet.

Les ERPT sont des eaux d'origine souterraine ou superficielle qui peuvent faire l'objet des mêmes traitements que l'eau du robinet, y compris la désinfection de l'eau. Elles répondent aux mêmes exigences de qualité microbiologique que les EMN et les ES, et aux mêmes exigences de qualité physicochimique et radiologique que l'eau du robinet.

En France, on recensait en 2016 plus de 100 usines d'embouteillage d'eau qui conditionnaient 178 eaux : 91 EMN, 83 ES et 4 ERPT.

Dans cette étude, 166 eaux conditionnées ont été analysées. Il s'agissait de 82 EMN, 80 ES, et 4 ERPT (Figure 1). Plates ou effervescentes, ces eaux provenaient de 148 marques différentes et étaient conditionnées dans des bouteilles en polyéthylène téréphtalate (PET), ou verre, de volume variable ainsi que dans des bonbonnes en polycarbonate (PC).

Pour chaque marque, 18 litres d'eau provenant du même lot ont été soit obtenus en grande distribution (78 échantillons), soit fournis par les exploitants (80 échantillons), ou par l'association française de l'industrie des fontaines à eau (AFIFAE) (8 bonbonnes). Les règles d'échantillonnage sont précisées dans l'instruction N° DGS/EA4/2013/229 du 6 juin 2013 (Direction générale de la santé 2013). Tous les échantillons ont été stockés à température ambiante et à l'obscurité jusqu'au moment de l'analyse.

Pour des raisons de confidentialité, les résultats ont été anonymisés dans ce rapport.

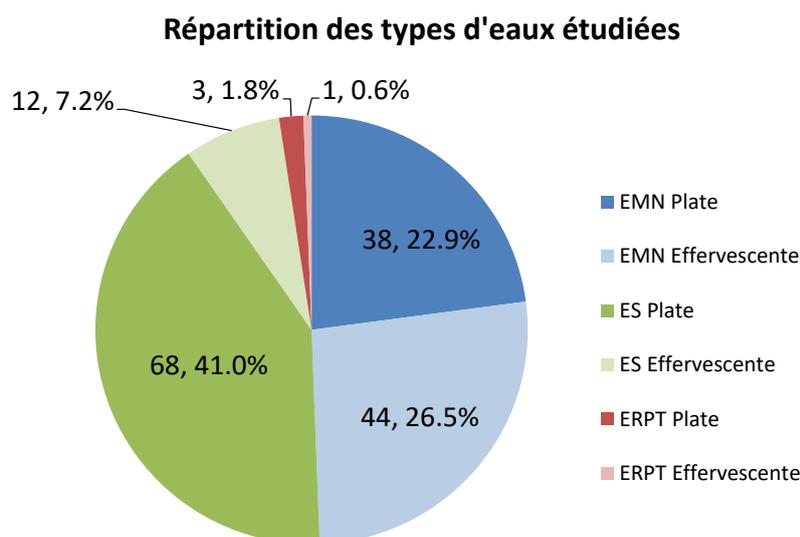


Figure 1 : Répartition des échantillons en fonction du type d'eau

1.2.3 Méthodes analytiques

1.2.3.1 Analyses chimiques

Les procédures analytiques ont été, pour certaines familles de composés (alkylphénols et bisphénols, nitrosamines, alkyl poly- et per-fluorés, et perchlorates), adaptées d'études précédemment menées au LHN (Garnier *et al.* 2012, Colin *et al.* 2014, Boiteux *et al.* 2016, Pallez *et al.* 2015, Py 2016). Pour l'analyse des phtalates et adipate, des pesticides et métabolites et des acides haloacétiques (HAA), trois méthodes analytiques ont été spécifiquement développées. Enfin, l'analyse des résidus de médicaments a été réalisée par le LNE de Paris (Lardy-Fontan *et al.* 2017).

► Etalonnage et quantification

Pour chaque méthode, l'étalonnage a été réalisé à l'aide d'une gamme de 5 à 9 niveaux de concentration. La réponse, linéaire ou quadratique, de chaque courbe d'étalonnage a été vérifiée à chaque série d'injections ($r^2 > 0,97$). La quantification des résultats a été réalisée, en général, par étalonnage interne, à l'aide d'étalons marqués au deutérium ou au carbone 13.

► Validation

Toutes les méthodes analytiques ont été validées selon le guide européen SANCO (SANCO/12571/2013 2014), ou selon la norme NF T90-210 (AFNOR 2009). Ces deux référentiels fournissant des outils statistiques spécifiques à l'évaluation des méthodes quantitatives respectivement dans les domaines de l'analyse des pesticides en matrice alimentaire et de l'analyse physico-chimique de l'eau. Les lignes directrices de l'Anses relatives à l'analyse des eaux effervescentes et des eaux minérales naturelles ont également été suivies notamment pour le choix des matrices représentatives pour la caractérisation et la validation des méthodes.

Les taux de recouvrement, pour la majorité des composés, étaient compris entre 66 et 134 %, avec des coefficients de variation inférieurs à 25 %. Seuls les PFAS à longue chaîne (PFDS, PFTrDA et PFTeDA) ont présenté de faibles rendements (42-45 %), probablement en raison de leur sorption sur les matériaux plastiques. Il a donc été décidé qu'en cas de détection d'un de ces composés dans un échantillon, une nouvelle analyse et une quantification par ajouts dosés seraient réalisées, afin de corriger ces faibles rendements.

Les rendements moyens, limites de quantifications (LQ) et incertitudes pour chaque composé sont présentés en annexe 2.

► Contrôles qualité

La fiabilité des résultats a été vérifiée à chaque série d'injection, à l'aide de :

- Points de contrôles (solutions étalons), injectés tous les 10 échantillons environ, et qui permettent d'observer une éventuelle dérive des performances de l'appareil.
- Dopages en matrice, sur l'eau la plus minéralisée et l'eau la plus effervescente (ayant la plus grande concentration en CO₂) de chaque série analytique, afin de suivre les potentiels effets matrice.
- Pour chaque résultat positif, une confirmation a été réalisée sur une bouteille non ouverte du même lot. L'échantillon a été ré-analysé en tant que tel et également dopé à l'aide des composés identifiés, afin de confirmer le résultat.

La qualité des analyses a également été vérifiée par la participation à des essais inter-laboratoires (BIPEA et AGLAE) pour certains pesticides, alkylphénols, phtalates, PFAS, chrome VI, HAA et perchlorates.

Enfin, les résultats obtenus ont pu être comparés à ceux obtenus par la chambre syndicale des eaux minérale et le syndicat des eaux de source, dont l'étude (menée par le LPTC, Bordeaux (Le Coadou *et al.* 2017)) a porté sur 40 eaux conditionnées et 330 analytes dont 65 communs à notre étude (comparatif en annexe 3).

► Attention particulière

Des précautions particulières ont été mises en place pour les composés susceptibles d'être relargués par- ou de s'adsorber sur- les matériaux mis en contact avec les échantillons tout au long du protocole analytique. Il existe notamment un risque de contamination des échantillons en alkylphénols et bisphénols, PFAS et phtalates. La contamination par ces familles de composés a été évaluée en réalisant des blancs à l'aide d'eau de qualité

LC-MS couvrant la procédure analytique complète. La description complète des mesures mises en œuvre pour chaque famille est donnée dans la section 5.1.

1.2.3.2 Analyses microbiologiques

Les analyses microbiologiques des paramètres indicateurs (micro-organismes aérobies revivifiables à 22 et 36°C et *Pseudomonas aeruginosa*) ont été réalisées en s'appuyant sur les normes internationales en vigueur. Il s'agit d'une part de la norme NF EN ISO 6222 (AFNOR Juillet 1999) et de la norme NF EN ISO 16 266 (AFNOR Août 2008). Il doit être noté que des tests de confirmation complémentaires non normalisés (notamment MALDI-TOF) ont été mis en œuvre sur les colonies présomptives de *Pseudomonas aeruginosa* de sorte que d'autres espèces de *Pseudomonas* ont pu être mises en évidence.

Les analyses microbiologiques des paramètres bactériens et viraux ne figurant pas sur la liste des paramètres réglementés dans le code de la santé publique, ont été réalisées à l'aide de méthodes internes non normalisées, validées et utilisées au laboratoire dans le cadre des activités relatives aux investigations menées lors de TIAC hydriques. Parmi ces paramètres se trouve l'ensemble des paramètres virologiques (Adénovirus groupe A-F, Norovirus GI et GII et les Entérovirus) qui ont fait l'objet d'une recherche initiale après concentration de 1 litre d'eau par filtration sur membrane électropositive suivie par (RT)-qPCR. Ces méthodologies sont susceptibles de mettre en évidence de manière très sensible la présence de génome viral. De la même manière, la recherche de première intention visant les bactéries cibles (*Campylobacter coli*, *Campylobacter jejuni* et *Escherichia coli* VTEC) a été réalisée par des méthodes de qPCR du fait de leur importante sensibilité. Les analyses effectuées sur ces trois paramètres microbiologiques ont été réalisées selon un principe identique à savoir une concentration membranaire d'1 L (ester de cellulose) suivie d'une lyse et d'une purification des acides nucléiques complétées par une qPCR ciblant des séquences génomiques spécifiques. Concernant les *Campylobacter*, l'amplification a été réalisée selon les travaux de Ménard *et al.* (2005) adaptés par le laboratoire tel que décrit dans la publication de Tissier *et al.* (2012). Concernant les *E. coli* VTEC, les gènes *eae*, *stx1* et *stx2* ont été ciblés selon les préconisations de l'ISO/TS 13 136 : 2012 et en accord avec les travaux de Auvray *et al.* (2009).

Toutes les méthodologies moléculaires utilisées (qPCR ou RT-qPCR) permettent de déterminer la quantité de génomes décelée dans les eaux. Afin de quantifier les génomes retrouvés dans les échantillons analysés, une gamme étalon plasmidique a été amplifiée au sein de chaque série analytique. Des blancs réactionnels ont été systématiquement intégrés afin de vérifier l'absence de contaminations croisées. La présence de molécules interférentes avec les réactions enzymatiques de rétro-transcription et/ou d'amplification (PCR), a été vérifiée par le biais de contrôles d'inhibition spécifiques (ajout dosé). Ces contrôles permettent de s'assurer que ces molécules pouvant être co-concentrées avec le matériel génétique des échantillons, n'induisent pas de sous-estimations voire des résultats faussement négatifs.

Les échantillons d'eaux dont les premières analyses ont montré la présence de génomes de micro-organismes pathogènes ont fait l'objet de confirmations complémentaires effectuées à partir de bouteilles issues prioritairement du même lot ou à défaut de lots différents. Dans la mesure où la présence de matériel génétique ne permet pas de statuer à elle seule sur la présence de micro-organismes infectieux ou viables, il a été utilisé en seconde intention sur ces eaux contaminées des méthodes de culture. Ainsi, la présence de particules virales infectieuses ou de bactéries pathogènes viables a été recherchée par culture soit à partir de lignées cellulaires spécifiques soit à partir de milieux de culture adaptés (bouillons et/ou géloses). Consécutivement à ces étapes de culture, des mesures de génomes par (RT)-qPCR ou qPCR ont été réalisées afin de vérifier une éventuelle multiplication. Ces méthodologies combinées IC-(RT)-PCR pour les virus entériques ou IC-PCR pour les bactéries pathogènes offrent l'opportunité de mettre en évidence précocement la présence de micro-organismes infectieux initialement présents dans l'échantillon en faible quantité. Il est à noter que la détection de génome à partir de culture de cellules infectées est possible pour les Adénovirus et les Entérovirus, elle n'est en revanche pas pratiquée au laboratoire pour les Norovirus dont la culture sur cellules reste encore très délicate. Les phases de culture ont été réalisées à partir de nouvelles bouteilles issues du même lot.

Les méthodologies utilisées pour l'étape de détection ou de confirmation, les volumes d'eau analysés, les méthodes de concentration employées ainsi que l'interprétation d'un résultat positif selon le procédé employé sont décrits pour les indicateurs et les pathogènes bactériens dans le tableau 2 et pour les pathogènes viraux dans le tableau 3.

Tableau 2 : Méthodes, volumes, étapes de concentration des eaux, de détection des pathogènes et d'identification complémentaires utilisées dans le cadre de la campagne pour les indicateurs et les pathogènes bactériens

Pathogènes Bactériens / Indicateurs	Objectif suivi	Volume	Etape Concentration	de	Etape de détection		Etape d'identification Complémentaire	
					Méthode	Signification		
<i>Micro-organismes revivifiables à 22 et 36°C</i>	<i>aérobies</i>	Screening	1 mL	Incorporation	PCR sans glucose	NF EN ISO 6 222 : 1999	Viabilité	MALDI-TOF
<i>P. aeruginosa</i>	Screening	250 mL	Membrane 0,45 µm ester de cellulose			NF EN ISO 16 266 : 2008	Viabilité	MALDI-TOF (Des espèces autres que <i>P. aeruginosa</i> ont été mises en évidence)
<i>Campylobacter jejuni</i> et <i>C. coli</i>	Screening					Méthode interne : Tissier <i>et al.</i> (2012) PCRq	Génome	Séquençage
	Confirmation	Bouteille (1,5L)	Membrane 0,45 µm ester de cellulose			Méthode interne : Tissier <i>et al.</i> (2012) IC-PCRq	Viabilité	Séquençage
	Confirmation					Méthode interne : Tissier <i>et al.</i> (2012) Culture sur milieu spécifique	Viabilité	MALDI-TOF + Séquençage
<i>E. coli</i> VTEC	Screening					PCRq (ISO/TS 13 136 : 2012 / Auvray <i>et al.</i> , 2009)	Génome	PCR de groupe
	Confirmation	Bouteille (1,5L)	Membrane 0,45 µm ester de cellulose			IC-PCRq	Viabilité	PCR de groupe + Séquençage
	Confirmation					Culture sur milieu spécifique	Viabilité	PCR de groupe MALDI-TOF + Séquençage

Tableau 3 : Méthodes, volumes, étapes de concentration des eaux, de détection des pathogènes et d'identification complémentaires utilisées dans le cadre de la campagne pour les virus entériques

Pathogènes viraux	Objectif	Volume	Etape de Concentration	Etape de détection		Etape de d'identification
				Méthode	Signification	
Adénovirus	Screening	Bouteille (1,5L)	Membrane électropositive	Méthode interne selon Jothikumar, Cromeans, <i>et al.</i> (2005) PCRq . - A à F - 40 et 41	Génome	Séquençage
	Confirmation	Bouteille (1,5L)	Membrane électropositive	Méthode interne ICC-PCRq + CC -A à F -40 et 41	Infectiosité	Séquençage
Norovirus	Screening	Bouteille (1,5L)	Membrane électropositive	Méthode interne selon Jothikumar, Lowther, <i>et al.</i> (2005) RT-PCRq - GI - GII	Génome	Séquençage
Entérovirus	Screening	Bouteille (1,5L)	Membrane électropositive	Méthode interne selon Monpoeho <i>et al.</i> (2000) et Fuhrman, Liang, and Noble (2005) RT-PCRq	Génome	Séquençage
	Confirmation	Bouteille (1,5L)	Membrane électropositive	Méthode interne ICC-RT-PCRq + CC	Infectiosité	Séquençage

2 Résultats

2.1 Paramètres chimiques

Lors de cette campagne, 127 échantillons sur les 166 analysés, ont présenté des résultats négatifs (inférieurs à la limite de quantification) pour l'ensemble des composés recherchés (hors métaux), représentant plus de 75% des eaux conditionnées analysées. Près de 25 % des échantillons contenaient donc au moins un composé à une concentration mesurable (> LQ). Au maximum, 6 composés ont été quantifiés dans un même échantillon (figure 2 a). Les performances des méthodes analytiques (limites de quantification et rendements moyens) sont consultables en annexe 2.

Parmi les huit familles de composés chimiques étudiées, seules les nitrosamines n'ont jamais été quantifiées. Sur les 145 composés suivis (hors métaux), 26 ont été quantifiés au moins une fois. Les fréquences de quantification de ces molécules sont présentées sur la figure 2 b. Les cinq composés les plus fréquemment quantifiés sont : métolachlore ESA (12 échantillons), atrazine (9 échantillons), bisphénol A et PFOS (6 échantillons chacun) et perchlorate (5 échantillons).

Aucun lien entre la fréquence de quantification et le type d'eau (EMN, ES, ou ERPT) n'a été mis en évidence.

Le tableau 4 résume, par famille, les résultats concernant les molécules quantifiées. Les résultats et discussions par famille de composés sont développés dans les sections qui suivent.

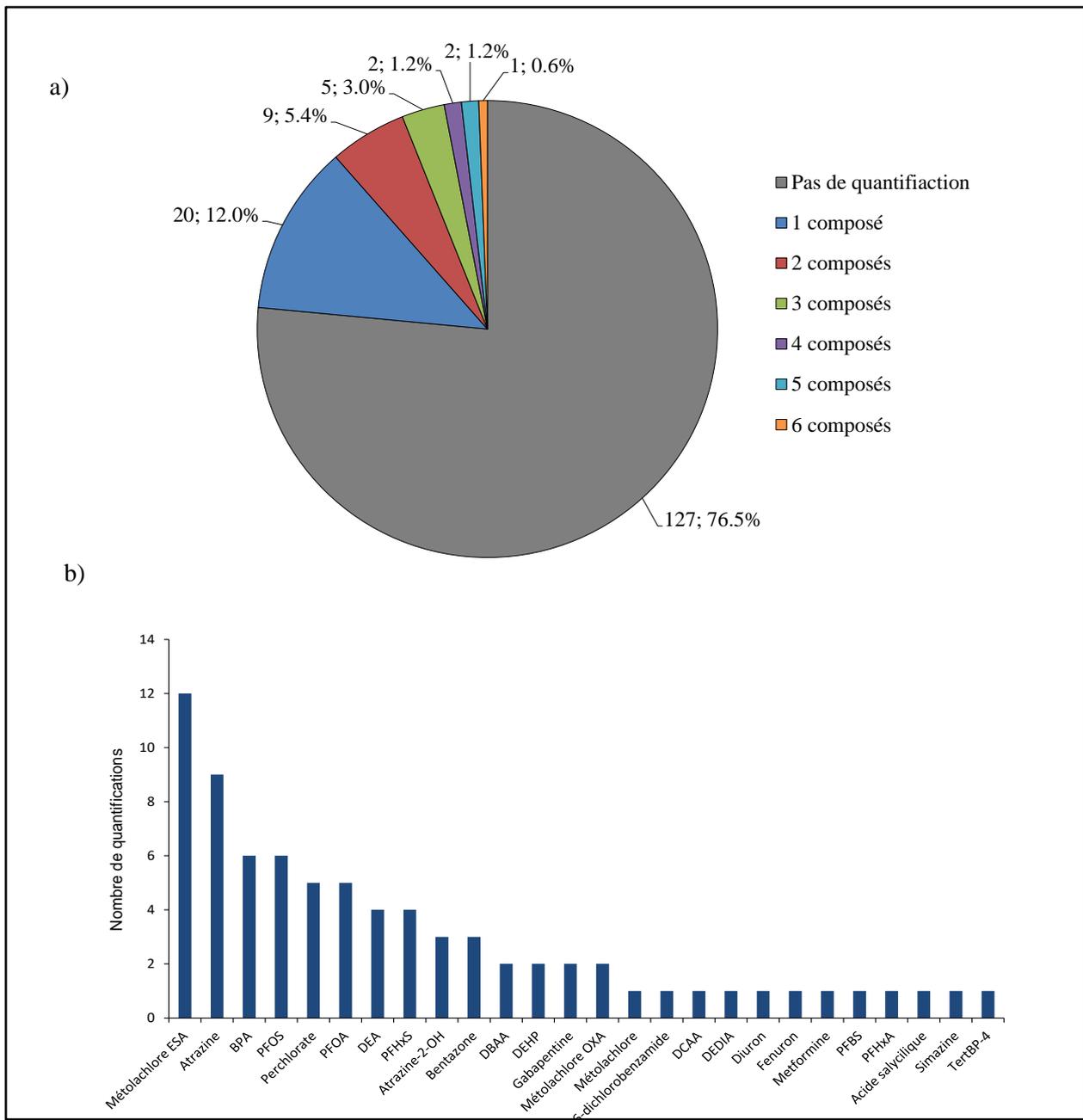


Figure 2 : Résultats globaux, a) répartition des échantillons en fonction du nombre de composés quantifiés, b) nombre de quantifications par composés.

Tableau 4 : Résultats par famille de composés. Concentrations maximales et moyennes des résultats quantifiés en µg/L.

Famille	n	n>LQ	Composé quantifié	n>LQ	Type d'eau	[Maxi]	Moyenne	
Acides haloacétiques	166	3 (1,8 %)	DBAA	2	ES	2,94	2,62	
			DCAA	1	ERPT	3,38	-	
Alkylphénols et bisphénols	166	6 (3,6 %)	BPA	6	ES	8,200	3,163	
			4-TertBP	1	ES	0,140	-	
Alkyl per- et poly-fluorés (PFAS)	166	8 (4,8 %)	PFBS	1	EMN	0,005	-	
			PFHxA	1	EMN	0,008	-	
			PFHxS	4	EMN	0,019	0,009	
			PFOS	6	5 EMN, 1 ES	0,013	0,007	
			PFOA	5	4 EMN, 1 ES	0,013	0,006	
Pesticides et métabolites	166	25 (15,1 %)	2,6-dichlorobenzamide	1	EMN	0,021	-	
			Atrazine	9	5 ES, 4 EMN	0,011	0,007	
			DEA	4	ES	0,020	0,016	
			DEDIA	1	ES	0,021	-	
			Atrazine-2-OH	3	ES	0,030	0,021	
			Bentazone	3	ES	0,008	0,007	
			Diuron	1	ES	0,040	-	
			Fenuron	1	ES	0,009	-	
			Métolachlore	1	EMN	0,005	-	
			Métolachlore ESA	12	5 EMN, 7 ES	0,100	0,030	
			Métolachlore OXA	2	1 EMN, 1 ES	0,030	0,020	
Simazine	1	ES	0,006	-				
Phtalates et adipate	166	2 (1,2 %)	DEHP	2	1 EMN, 1 ES	0,650	0,645	
Résidus pharmaceutiques	166	4 (2,4 %)	Gabapentine	2	EMN	0,012	0,011	
			Metformine	1	ERPT	0,012	-	
			Acide Salicylique	1	EMN	0,016	-	
Substances inorganiques:	166	5 (3,0 %)	Perchlorate	5	ES	6,1	2,1	
			Cr VI	16	12 ES, 3 EMN, 1 ERPT	1,2	0,5	
			Métaux*	Arsenic	/	EMN	18	-
				Manganèse	/	EMN	980	793
				Nickel	/	EMN	44	37

*sont comptabilisées pour les métaux, uniquement les valeurs supérieures aux limites de qualité, EMN et ES

2.1.1 Acides haloacétiques (HAA)

■ Contexte

Les HAA sont des sous-produits de désinfection créés par oxydation de la matière organique présente dans l'eau (essentiellement les substances humiques). Ainsi, les concentrations dans les eaux traitées sont généralement supérieures à celles des ressources en eau brute.

■ Méthode

La méthode d'analyse des HAA a été spécifiquement développée pour cette étude. Il s'agit d'une méthode de chromatographie ionique à deux dimensions couplée à la spectrométrie de masse (IC-2D-MS). Cette technique permet d'obtenir une bonne spécificité et une limite de quantification basse (0,5 µg/L).

Le principe de l'IC-2D-MS repose sur une première étape, dite première dimension, permettant de sélectionner les anions d'intérêt à l'aide d'une colonne chromatographique et de fenêtres de collecte déterminées par rapport aux temps de rétention des composés. Les composés d'intérêt sont ainsi collectés et concentrés sur une colonne de pré-concentration. Les HAA sont ensuite élués vers la colonne chromatographique (seconde dimension), afin d'être séparés puis analysés par spectrométrie de masse.

■ Résultats et interprétations

Parmi les 166 échantillons analysés, près de 99% ne présentent aucun acide haloacétique à des concentrations mesurables (inférieures aux LQ).

Seules deux ES contenaient du DBAA (acide dibromoacétique) à 2,29 µg/L et 2,94 µg/L, et une ERPT contenait du DCAA (acide dichloroacétique) à 3,38 µg/L. La présence d'acides haloacétiques dans une ERPT peut être liée au traitement de désinfection mis en œuvre. Les 2 ES positives correspondent à des bonbonnes. Il conviendrait de vérifier si ces résultats positifs peuvent être liés au processus de nettoyage et désinfection des bonbonnes. La présence de HAA dans des eaux conditionnées a également été observée dans des eaux chinoises, grecques et saoudiennes (Liu and Mou 2004, Leivadara, Nikolaou, and Lekkas 2008, Al-Shatri, Nuhu, and Basheer 2014), à des niveaux de concentration semblables de l'ordre de quelques µg/L, notamment liés aux procédés de traitement mis en oeuvre.

En France, les HAA ne sont pas réglementés dans l'eau destinée à la consommation humaine. Le projet de révision de la directive concernant les eaux destinées à la consommation humaine propose cependant une limite de qualité de 80 µg/L pour la somme des neuf composés. Les concentrations mesurées dans notre étude restent très inférieures à ces valeurs seuils.

2.1.2 Alkylphénols et bisphénols

■ Contexte

Les dérivés d'alkylphénols sont des surfactants non-ioniques utilisés dans un grand nombre d'applications industrielles, agricoles, domestiques, ou commerciales. Les bisphénols sont quant à eux essentiellement utilisés en tant que monomère pour la fabrication de plastiques (comme le polycarbonate). La présence de ces composés dans l'environnement aquatique est d'origine anthropique.

■ Méthode

L'analyse des alkylphénols et bisphénols a été réalisée par extraction sur phase solide (SPE) en ligne, couplée à de la chromatographie liquide et spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS). Cette méthode est entièrement décrite dans la publication de Colin *et al.* (2014). Pour cette famille de composés, des précautions particulières ont été mises en place pour palier au risque de contamination. Ainsi, la boucle d'injection, et la cartouche d'extraction étaient rincées après chaque injection à l'aide de solvants appropriés.

■ Résultats et interprétations

Parmi les 166 échantillons analysés, 96% ne présentent aucune trace d'alkylphénols ou bisphénols. Seuls le bisphénol A (BPA) et le 4-tert-butylphénol (4-tertBP) ont été quantifiés dans 6 échantillons, à des concentrations allant de 0,22 à 8,2 µg/L pour le BPA et à 0,14 µg/L pour le 4-tertBP. Notons que ces résultats positifs ont été obtenus pour des échantillons conditionnés dans des bonbonnes réutilisables en polycarbonate (PC).

Le BPA, employé dans la fabrication des matériaux en polycarbonate, migre facilement depuis la paroi des bonbonnes vers l'eau qu'elles contiennent. Une précédente étude menée au LHN avait indiqué une contamination maximale de 4,1 µg/L dans une bonbonne en PC (Colin *et al.* 2014). La présence de 4-tertBP dans un seul échantillon est, selon cette même étude, susceptible de provenir d'une migration depuis le matériau de conditionnement (bouchon), ou la chaîne d'embouteillage ; cependant sa présence au sein du PC ne peut être scientifiquement expliquée.

D'après des études internationales, il semble probable de retrouver le 4-nonylphénol dans les eaux conditionnées. Bono-Blay *et al.* (2012) avaient mesuré une concentration de 0,058 µg/L dans une eau espagnole, et Li *et al.* (2010) avaient quantifié jusqu'à 0,298 µg/L dans une eau embouteillée chinoise. Cependant, sur les 166 échantillons investigués aucun n'a présenté une concentration en 4-nonylphénol supérieure à la LQ de 0,100 µg/L.

D'un point de vue réglementaire, aucune valeur seuil pour le BPA dans les eaux n'est prescrite à ce jour en France. L'European Food Safety Authority (EFSA) propose cependant une dose journalière tolérable (DJT) de 4 µg/kg (EFSA 2015).

Depuis le 1^{er} janvier 2015, la loi française n°2012-1442 (2012) interdit l'importation et la mise sur le marché de tout conditionnement, contenant ou ustensile, comportant du BPA et destiné à entrer en contact direct avec toutes les denrées alimentaires. Les bonbonnes d'eau conditionnée dans des emballages comportant du BPA mises sur le marché français avant cette date ont pu faire l'objet d'un écoulement jusqu'à épuisement des stocks. Néanmoins, notre étude s'étant déroulée de 2013 à 2015, il est probable que l'exposition au BPA via les bonbonnes soit moindre, voire quasi-inexistante, aujourd'hui.

2.1.3 Alkyles per- et poly-fluorés

■ Contexte

Les alkyles per- et polyfluorées (PFAS), synthétisés depuis la fin des années 1940, sont utilisés pour fabriquer des produits résistants à la chaleur, hydrophobes et lipophobes. Ils sont ainsi largement répandus dans la fabrication de substances hydrofuges, anti-salissures et imperméables aux graisses qui sont appliquées sur les tissus, les emballages alimentaires, les tapis et les moquettes. Ils participent également à la formulation d'agents tensio-actifs, de détergents, d'émulsifiants, de mouillants, de dispersants, de lubrifiants et de mousses extinctrices.

La totalité des PFAS retrouvés dans l'environnement est donc d'origine anthropique. En effet, seuls les composés contenant un atome de fluor (composés monofluorés) peuvent être présents naturellement dans l'environnement.

■ Méthode

Les PFAS ont été analysés par SPE hors ligne couplée à la LC-MS/MS. Cette méthode est entièrement décrite dans la publication de Boiteux *et al.* (2016). Pour cette famille de composés, la contamination provenant du processus analytique (matériaux en contact avec l'échantillon) a été évaluée via l'analyse de blancs de solvant. Seul le PFOA a été observé dans les blancs, mais à une concentration inférieure à sa limite de détection (1,4 ng/L).

Certains PFAS à chaîne longue ou certains précurseurs de PFAS ont présenté des rendements d'analyse inférieurs à 60 % ou au contraire supérieurs à 120 %. Pour pallier à ces effets, il a été décidé qu'en cas de résultat positif pour ces composés, une ré-injection avec un dopage de l'échantillon serait faite. Le rendement de dopage permettrait alors de corriger le résultat obtenu pour l'échantillon positif.

■ Résultats et interprétations

Parmi les 166 échantillons analysés, plus de 95 % ne présentent aucune trace de PFAS à des concentrations mesurables.

Seuls 8 échantillons, principalement des EMN effervescentes, contenaient au moins un PFAS à une concentration supérieure à la LQ (soit 4,8 %). Parmi ces positifs, 6 échantillons contenaient également un ou plusieurs pesticides.

On peut également souligner que les six échantillons S, U, V, X, Z, et Z' (figure 4) proviennent de deux sources présentes dans un même département. Ceci semble traduire une contamination locale des ressources en eau de ce département par les PFAS (ici PFOA, PFOS, et PFHxS).

La figure 4 présente la somme des PFAS dans les échantillons positifs. Seuls 5 composés perfluorés (sur 19 investigués) ont été quantifiés. Le plus fréquemment quantifié est le PFOS (dans 6 échantillons), suivi du PFOA (dans 5 échantillons), puis du PFHxS (dans 4 échantillons). Le PFHxA et le PFBS ont également été mesurés dans un seul et même échantillon, et en très faible concentration. Les concentrations les plus importantes ont été relevées pour PFHxS à 0,019 µg/L, et PFOA à 0,013 µg/L. Toutes les autres mesures sont en dessous de 0,010 µg/L. La somme de PFAS a atteint un maximum de 0,041 µg/L dans l'échantillon H.

De très faibles niveaux de contamination ont pu être également observés par Gellrich, Brunn, and Stahl (2013) dans des eaux conditionnées d'Allemagne, Suisse et République Tchèque (maximum de 0,013 µg/L en PFBS), par Kunacheva *et al.* (2010) en Thaïlande (maximum de 0,017 µg/L en PFOA) et par Ericson *et al.* (2008) en Espagne (maximum de 0,00067 µg/L en PFOA). En revanche, une contamination plus importante en PFOA (1,19 µg/L) fut mise en évidence par Santos *et al.* (2015) dans une eau embouteillée des Etats-Unis, ce résultat atypique n'est toutefois pas commenté.

En France, l'Anses a défini des valeurs sanitaires maximales pour huit PFAS, dont PFOS (0,18 µg/L), PFOA (0,075 µg/L), PFBS (240 µg/L), PFHxS (12 µg/L) et PFHxA (960 µg/L) (ANSES 2017). Dans notre étude, les concentrations mesurées sont donc très largement inférieures aux valeurs sanitaires établies.

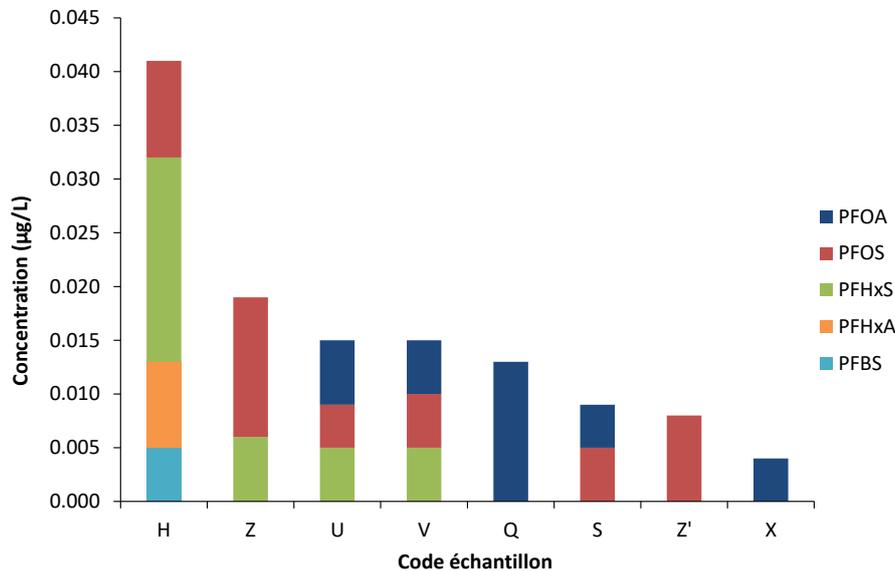


Figure 3 : Concentrations en PFAS dans les échantillons positifs

2.1.4 Nitrosamines

■ Contexte

Les nitrosamines sont utilisées dans les procédés industriels de la cosmétique, du tannage du cuir, de l'alimentation, des teintures, du caoutchouc... Ainsi, elles peuvent être rejetées dans l'environnement via les eaux usées industrielles imparfaitement traitées. Les nitrosamines peuvent également être formées lors de la production d'eau potable (sous-produits de désinfection), ou encore via les rejets d'industries pharmaceutiques qui sont susceptibles de rejeter des précurseurs de nitrosamines.

■ Méthode

L'analyse des nitrosamines a été réalisée par extraction sur phase solide (SPE), hors ligne, couplée à de la LC-MS/MS. Cette méthode est entièrement décrite dans la publication de Pallez *et al.* (2015).

■ Résultats et interprétations

Sur les 166 eaux étudiées, aucune n'a présenté une concentration en nitrosamines supérieure aux limites de quantification. Au niveau international, jusqu'à présent peu d'études ont porté sur les nitrosamines dans les eaux conditionnées. Seule une étude est recensée à ce jour en Chine Li *et al.* (2015). Sur 10 échantillons d'eaux et de sodas, la N-nitrosodiméthylamine (NDMA) a été retrouvée en faible concentration dans un soda (0,005 µg/L) et la N-nitrosomorpholine (NMOR) a été quantifiée (0,016 ± 0,015 µg/L) dans 4 eaux conditionnées dont 2 étaient des ERPT.

2.1.5 Pesticides et métabolites

■ Contexte

Les substances actives (SA) de pesticides sont susceptibles de se retrouver dans les eaux souterraines et les eaux superficielles via les phénomènes d'infiltration et de ruissellement. Dans ce contexte, en France, les pesticides font l'objet d'une surveillance continue dans les ressources en eau et eaux de consommation depuis de nombreuses années. En 2014 par exemple, les eaux de consommation alimentant près de 99 % de la population française ont été analysées (ce qui représente 21 459 unités de distribution). 6 % de ces eaux du robinet investiguées ont présenté au moins un dépassement de la limite de qualité. Les pesticides principalement responsables de ces dépassements étaient l'atrazine, le métolachlore et leurs métabolites (désethyl atrazine, déisopropyl atrazine, métolachlore ESA...) (Direction Générale de la Santé 2016).

■ Méthode

Une méthode par injection directe (sans extraction préalable) couplée à de la LC-MS/MS a été développée spécifiquement pour les pesticides et métabolites d'intérêt de cette étude. Les performances instrumentales ont permis d'obtenir, en injection directe de 100 µL d'échantillon et pour les 48 molécules étudiées (dont 9 métabolites), une bonne séparation et des limites de quantification allant de 0,005 µg/L à 0,100 µg/L (Annexe 2).

■ Résultats et interprétations

Les pesticides ont été les composés organiques les plus fréquemment quantifiés dans les eaux conditionnées. Sur les 166 échantillons analysés, 25 (15,1 %) ont présenté au moins un pesticide à une concentration mesurable ; 11 étaient des EMN (2 plates et 9 effervescentes), et 14 des ES (toutes plates). Ce sont au total 12 composés différents qui ont été quantifiés : 2,6-dichlorobenzamide, atrazine, ses métabolites (DEA, DEDIA, atrazine-2-OH), bentazone, diuron, fenuron, métolachlore et ses métabolites (ESA et OXA), et simazine.

Les produits de dégradation du métolachlore (métolachlore ESA et métolachlore OXA) ont été quantifiés dans 12 échantillons, soit dans 48 % des échantillons positifs. L'atrazine, dont l'utilisation est interdite en France depuis octobre 2003, et ses métabolites, ont été quantifiés dans 48 % des échantillons positifs (12 échantillons). Déjà connus pour être régulièrement présents dans les eaux du robinet, l'atrazine et ses métabolites constituent un contributeur significatif de la contamination en pesticides dans les eaux conditionnées. Ces résultats reflètent une contamination ancienne des substances interdites depuis plus de 10 ans, et soulignent également l'importance de s'intéresser aux métabolites de pesticides, puisque près de 90% des métabolites recherchés ont été quantifiés au moins une fois.

La figure 4 présente les sommes de pesticides mesurées dans chaque échantillon positif. La concentration maximale relevée, pour un composé, est celle du métolachlore ESA à 0,099 µg/L dans une EMN (échantillon B sur le graphique). Si l'on considère à présent la somme de pesticides, celle-ci a atteint au maximum 0,117 µg/L dans une ES (échantillon A). Ces concentrations sont inférieures aux limites de qualité fixées par l'arrêté du 14 mars 2007, relatif aux critères de qualité des eaux conditionnées, aux traitements et mentions d'étiquetage particuliers des eaux minérales naturelles et de source conditionnées ainsi que dans l'eau minérale naturelle distribuée en buvette publique (Décret Français Aout 2017), qui sont de 0,100 µg/L par pesticide individuel et 0,500 µg/L pour la somme des pesticides et métabolites. De plus, pour l'alimentation des nourrissons, les EMN et ES doivent contenir moins de 0,100 µg/L en somme de pesticides et métabolites.

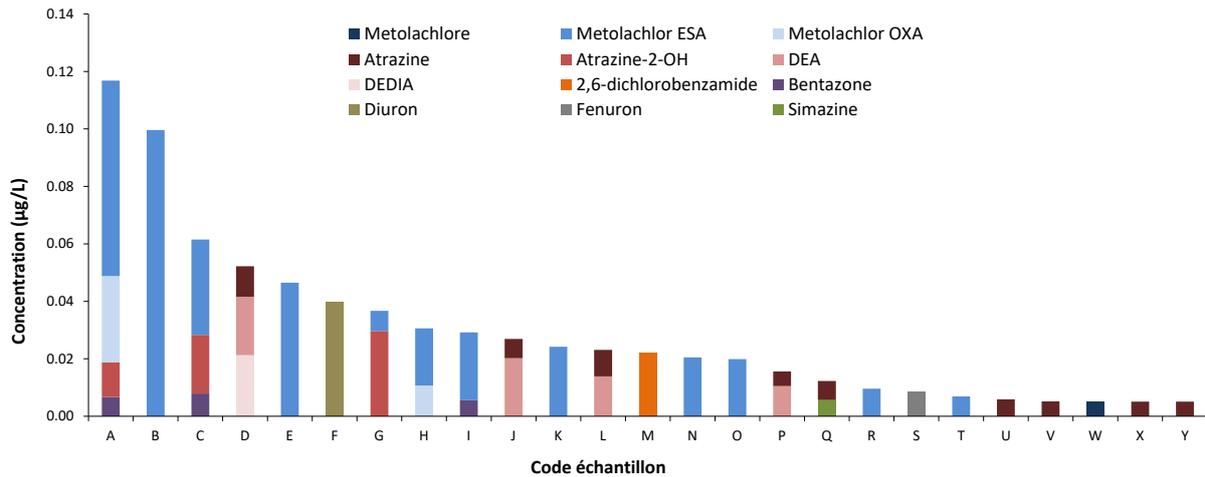


Figure 4 : Concentrations en pesticides et métabolites dans les échantillons positifs

2.1.6 Phtalates et adipate

■ Contexte

Les phtalates et les adipates sont des molécules de synthèse utiles à de nombreuses applications industrielles. Ce sont des plastifiants utilisés dans l'industrie de la chimie (peintures, laques, encres, vernis, colles, etc.), du bâtiment, du textile, dans la fabrication de dispositifs médicaux, des matériaux électriques et électroniques, etc. En raison de leurs nombreuses applications, les phtalates et adipates sont omniprésents dans l'environnement.

■ Méthode

L'analyse des phtalates et de l'adipate a été réalisée selon un protocole adapté de Guart *et al.* (2011), et qui utilise de la SPE hors ligne couplée à la chromatographie gazeuse et spectrométrie de masse (GC-MS).

Afin de contrôler les phénomènes connus de contamination par les phtalates, une approche particulière a été mise en place, afin de suivre la contamination tout au long de la campagne d'analyse. Des blancs-solvant ont été injectés après chaque échantillon pour écarter une possible contamination croisée. Des blancs analytiques, préparés à l'aide d'une eau minérale (non contaminée en phtalates) dopée en étalons internes et ayant subi le protocole complet, ont été injectés au cours de chaque série analytique. Les réponses obtenues ont permis de calculer les limites de quantification du DiBP, DnBP et DEHP (connus pour être responsables de contaminations) de façon à ce que ces LQ soient toujours au moins 3 fois supérieures à la valeur mesurée dans le blanc analytique.

■ Résultats et interprétations

Parmi les 166 échantillons analysés, près de 99% ne présentent aucune trace de phtalates et adipates à des concentrations mesurables.

Dans notre étude, le DEHP a été détecté dans 2 eaux plates de marque différente (1 EMN et 1 ES) à 0,64 et 0,65 µg/L. Cette contamination pourrait être associée à des conditions spécifiques d'embouteillage de ces producteurs.

Aucun des phtalates ou adipate n'a été quantifié dans les eaux effervescentes. Ceci est en accord avec de précédentes études (Montuori *et al.* 2008, Keresztes *et al.* 2013), où les eaux effervescentes n'ont présenté qu'une très faible contamination voire aucune trace de phtalates comparativement aux eaux plates. Selon Keresztes *et al.* (2013), ceci s'explique par la différence de pH entre l'eau plate et l'eau gazeuse. En effet, le pH légèrement acide de l'eau gazeuse (pH aux alentours de 6) jouerait un rôle de catalyseur dans l'hydrolyse des esters.

Dans les études françaises menées par Dévier *et al.* (2013) et Bach *et al.* (2013), (2014), la présence de phtalates dans les eaux conditionnées plates investiguées n'a jamais été mise en évidence.

Les phtalates et adipates dans l'EDCH ne sont pas réglementés au niveau national. L'Anses, dans son avis de 2012, a retenu la valeur toxique de référence de 0,05 mg.kg⁻¹.j⁻¹, proposée par l'EFSA (ANSES 2012a).

2.1.7 Résidus pharmaceutiques

■ Contexte

Les produits pharmaceutiques sous leur forme originelle ou leurs métabolites sont des résidus d'usage humain et vétérinaire qui peuvent être rejetés dans l'environnement via les stations d'épuration, les effluents hospitaliers, mais aussi par le lessivage des sols et l'aquaculture.

■ Méthode

Les résidus médicamenteux ont été analysés par le LNE, selon une méthode de SPE hors ligne couplée à de la LC-MS/MS en dilution isotopique. La description complète de cette méthode a été publiée (Lardy-Fontan *et al.* 2017).

■ Résultats et interprétations

Parmi les 166 échantillons analysés, plus de 97 % ne présentent aucune trace de résidus pharmaceutiques à des concentrations mesurables.

Quatre échantillons ont présenté une concentration en composés pharmaceutiques supérieure à la limite de quantification. Ces quantifications concernent trois composés différents : la metformine (antidiabétique, à 0,012 µg/L), l'acide salicylique (métabolite de l'acide acétylsalicylique, et substance naturelle à 0,016 µg/L), et la gabapentine (antiépileptique/analgésique, à 0,010 et 0,012 µg/L).

Ces composés ne sont pas réglementés dans l'EDCH. Cependant, leurs concentrations sont nettement inférieures à celles définies par un premier travail d'évaluation des risques mis en œuvre pour d'autres molécules. Le risque inhérent à l'ingestion de ces produits pharmaceutiques par l'intermédiaire de l'eau conditionnée peut être considéré comme négligeable. En effet, une évaluation récente du risque sanitaire concernant la carbamazépine et son métabolite 10, 11-époxy-carbamazépine, la danofloxacine, l'ibuprofène et le kétoprofène a indiqué un risque négligeable à ces niveaux de concentration (ANSES 2013a, 2015).

Quelques travaux décrivent les niveaux de contamination en résidus pharmaceutiques des eaux conditionnées. Ainsi, Perret *et al.* (2006) ont analysé 11 sulfonamides dans différentes eaux conditionnées italiennes. Trois sulfonamides ont été détectés à des niveaux de 0,009 à 0,080 µg/L. González Alonso *et al.* (2012) ont recherché 58 composés pharmaceutiques (dont 10 étaient communs avec notre étude) dans 10 eaux minérales naturelles espagnoles. Aucun des 10 composés communs analysés n'a été retrouvé à des concentrations supérieures à la limite de quantification. Enfin, Dévier *et al.* (2013) ont recherché un grand nombre de composés organiques tels que des hormones, alkylphénols, bisphénol A, phtalates, et 10 composés pharmaceutiques dans 2 eaux minérales naturelles (Evian® and Volvic®, Danone). Aucun composé pharmaceutique n'a été quantifié à une concentration supérieure à la limite de quantification et seuls l'acide salicylique, le kétoprofène et la caféine ont été détectés à des niveaux inférieurs à la limite de quantification probablement en raison de contaminations croisées en laboratoire.

2.1.8 Perchlorate

■ Contexte

L'anion perchlorate, ClO_4^- , est principalement présent dans les sels tels que les perchlorates d'ammonium, de potassium, de magnésium ou de sodium. Par le passé, les sels de perchlorate étaient principalement utilisés dans des applications militaires comme oxydants pour les missiles, roquettes et fusées spatiales, mais aussi en association aux engrais nitrates importés du Chili (salpêtre chilien). Actuellement, les sels de perchlorate sont également utilisés dans le domaine des applications civiles : pour la fabrication d'agents de blanchiment des textiles, de produits pyrotechniques, de peintures et d'émaux, d'additifs, le tannage du cuir ...

Toutes ces applications soulignent la possibilité que le perchlorate puisse être présent dans tous les compartiments de l'environnement.

■ Méthode

L'analyse de l'ion perchlorate repose sur une méthode de chromatographie ionique à deux dimensions couplée à la spectrométrie de masse (IC-2D-MS). Le principe, identique à celui de l'analyse des acides haloacétiques, est détaillé dans la publication de Garnier *et al.* (2012).

■ Résultats et interprétations

Sur les 166 échantillons, 5 ES (3%) ont présenté une concentration en perchlorate supérieure à 0,5 $\mu\text{g/L}$. Parmi ces résultats positifs, deux eaux, plate et effervescente, provenant d'une même source, ont montré un même niveau de concentration (0,63 et 0,72 $\mu\text{g/L}$ respectivement). Ce résultat suggère que l'étape de gazéification n'a entraîné aucune modification du niveau de contamination. Les trois autres échantillons contaminés sont présents à des niveaux de 1,80, 1,40 et 6,10 $\mu\text{g/L}$. Des investigations complémentaires ont été réalisées sur l'échantillon le plus contaminé. Les niveaux de concentrations mesurés au niveau de la ressource et de différents échantillons issus de l'échantillonnage mettent en évidence une stabilité des niveaux de concentrations mesurés et des teneurs analogues au niveau de la ressource et de la chaîne d'embouteillage. Les concentrations observées pour cet échantillon sont légèrement supérieures à celles retrouvées dans de précédentes études internationales qui n'ont jamais dépassé le microgramme par litre, en Italie, Inde, Chine ou Japon (Asami, Kosaka, and Yoshida 2009, Iannece *et al.* 2013, Nadaraja, Puthiyaveetil, and Bhaskaran 2015, Wu *et al.* 2010).

Le perchlorate ne fait pas l'objet de limite ou référence de qualité pour les eaux destinées à la consommation humaine. Cependant, sur l'avis de l'Anses, la DGS a adopté des seuils de gestion pour la consommation humaine de 15 $\mu\text{g/L}$ pour les adultes et de 4 $\mu\text{g/L}$ pour les nourrissons (ANSES 2014).

2.1.9 Chrome hexavalent

■ Contexte

La présence de chrome dans l'environnement peut être d'origine géochimique ou anthropique.

Concernant les sources géochimiques, les teneurs en chrome total dans les eaux souterraines sont généralement inférieures à 1 ou 2 µg/L avec des valeurs pouvant être plus élevées pour les eaux très oxygénées. Certaines régions présentent des teneurs élevées en chrome d'origine géochimique, c'est le cas notamment des Alpes, Corse alpine, Corse granitique et Pyrénées.

Les sources anthropiques de chrome total dans les eaux souterraines, sont principalement liées aux activités industrielles et/ou agricoles, des sources diffuses ou ponctuelles suite à des pollutions accidentelles. Le secteur de la chimie est le principal émetteur. En effet, le chrome peut intervenir comme catalyseur dans certaines réactions d'hydrogénation, de sel de chrome, sous forme de chromate dans les colorants et les peintures, mais également dans la composition de substances pharmaceutiques. Le chrome entre également dans le domaine de la métallurgie. Il permet une amélioration de la résistance de matériaux à la corrosion. Il peut également intervenir dans le traitement de surface, le traitement des cuirs et peaux et l'industrie textile.

■ Méthode

La méthode de dosage développée au laboratoire est basée sur un couplage chromatographie ionique / ICP-MS. Cette méthode est disponible sur le site de l'Anses (ANSES/LHN/MT-CrVI-Version 01).

■ Résultats et interprétations

84 % des échantillons (139) présentent une teneur en chrome total inférieure à la LQ de 0,2 µg/L. Pour les échantillons positifs, les concentrations observées se situent entre 0,2 et 1,2 µg/L. Des analyses en chrome VI ont ensuite été réalisées sur les échantillons présentant plus de 0,2 µg/L de chrome total, ainsi que sur quelques échantillons présentant des traces de chrome (29 échantillons). Les résultats mettent en évidence des résultats supérieurs à la limite de quantification pour 16 échantillons avec une teneur maximale en chrome VI de 1 µg/L. Sur les 19 échantillons analysés en chrome VI, 84 % (16) présentent des concentrations supérieures à limite de quantification avec une teneur maximale de 1,2 µg/L.

Des investigations sur le site d'embouteillage présentant la concentration la plus importante, ont mis en évidence qu'un forage à proximité présente également une concentration en chrome VI proche des 1 µg/L. Le chrome présent dans les ressources d'eau souterraine et les bouteilles est principalement sous la forme de chrome VI. L'analyse de deux lots à 1 an d'intervalle confirme également la stabilité de cet élément dans la ressource d'eau brute. Le ratio chrome VI sur chrome total et l'absence d'activité anthropique confirme l'influence de la géologie du site sur la présence de chrome VI dans les ressources d'eau souterraine.

Les teneurs en chrome mesurées lors de cette campagne sont semblables à celles relevées dans la littérature (Chwastowska *et al.* 2005, Cicchella *et al.* 2010, Krachler and Shotykh 2009, Misund *et al.* 1999, Rosborg *et al.* 2005).

La limite de qualité de 50 µg/L en chrome total dans les eaux destinées à la consommation humaine (EDCH) est fixée à l'annexe I de l'arrêté du 11 janvier 2007 relatif aux limites et références de qualité des eaux brutes et des eaux destinées à la consommation humaine. Concernant le chrome VI, l'Anses propose une valeur sanitaire guide de 6 µg/L (ANSES 2012b).

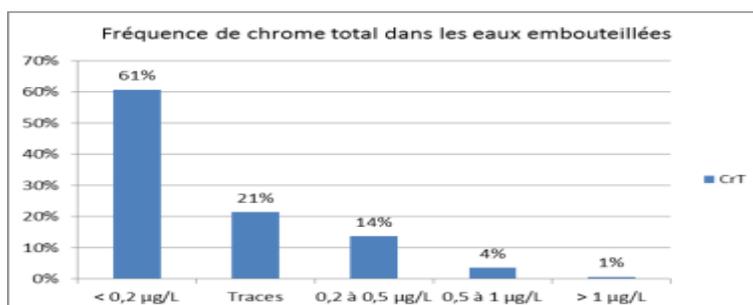


Figure 5 : Répartition des teneurs en chrome total

2.1.10 Autres métaux

Parallèlement aux mesures de chrome total, 16 métaux ont été analysés par ICP-MS selon la norme NF EN ISO 17294-2. Les résultats sont résumés dans le tableau 5.

Tableau 5 : Résultats de 16 métaux en eaux conditionnées

Élément	Nombre de valeurs	Nombre > LQ (1 µg/L)	C max (µg/L)	Limites et références de qualité ² EMN/ES (µg/L)	Nombre de dépassements EMN/ES
Aluminium	166	59	89	-/200	0/0
Antimoine	166	5	2,2	5/5	0/0
Arsenic	166	42	18	10/10	1/0
Baryum	166	148	530	1000/700	0/0
Bore	166	164	4300	-/1000	0/0
Cadmium	166	0	< 1	3/5	0/0
Chrome	166	26	1.2	50/50	0/0
Cuivre	166	48	8	1000/2000	0/0
Fer	166	33	35	-/200	0/0
Manganèse	166	55	980	500/50	3/0
Nickel	166	37	44	20/20	2/0
Plomb	166	0	< 1	10/10	0/0
Sélénium	166	5	8	10/10	0/0
Strontium	166	165	24000	-/-	/
Thallium	166	4	1.4	-/-	/
Uranium	166	30	22	-/-	/

Au total, sur les 2656 résultats, 6 dépassements de limites de qualité, qui concernent exclusivement des EMN, sont observés pour 3 éléments naturellement présents à la ressource : arsenic, manganèse et nickel. L'EMN concernée par un léger dépassement de la limite de qualité en arsenic

² Selon arrêté du 14 mars 2007 modifié

dans cette étude est aujourd'hui exploitée à partir d'une nouvelle ressource respectant la limite de qualité en vigueur de 10 µg/L pour ce paramètre.

2.2 Paramètres microbiologiques

La recherche des *Campylobacter*, des *E. coli* VTEC ainsi que des Adénovirus, Entérovirus et Norovirus a été opérée dans 160 échantillons. Concernant les *Pseudomonas aeruginosa*, un échantillon supplémentaire a été intégré à l'étude. Les résultats mettent en évidence que les eaux analysées sont exemptes de génomes des bactéries pathogènes ciblées, de *Pseudomonas aeruginosa* cultivables et de Norovirus ou d'Entérovirus (tableau 6). En revanche du génome d'Adénovirus non entérique a été retrouvé dans 4 échantillons (1 échantillon d'eau de source et 3 échantillons d'eaux minérales naturelles) à des concentrations comprises entre 200 copies/L et 6 000 copies/L. La présence du génome de ces virus a été confirmée systématiquement dans une ES et dans deux EMN (tableau 7). La mise en évidence du caractère infectieux des particules décelées dans ces différentes eaux s'est révélée négative par culture cellulaire et par ICC-PCRq.

Tableau 6 : Pathogènes recherchés, nombre d'échantillons analysés et résultats obtenus

Pathogènes		Nombre d'échantillons analysés	Résultats
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>		N=161	Absence
<i>Campylobacter</i>	<i>jejuni</i>	N=160	Absence
	<i>coli</i>	N=160	Absence
<i>E. coli</i> VTEC		N=160	Absence
Adénovirus	A-F	N=160	2,5% (4 échantillons : 1 ES et 3 EMN)
	40 - 41	N=160	Absence
Norovirus		N=160	Absence
Entérovirus		N=160	Absence

Tableau 7 : Résultats des confirmations opérées sur des échantillons supplémentaires positifs en Adénovirus A-F

Eaux	Echantillons confirmés			Résultats ICC-PCRq	Résultats Culture cellulaire	Signification
	Conf. 1	Conf. 2	Conf. 3			
ES	+	+	+	Négatif	Négatif	Présence de génome uniquement
(Quantité estimée : 200 copie/ L)						
EMN n°1	+	+	+			
6 000 copies/L						
EMN n°2	+	+	+	Négatif	Négatif	Virus détecté non infectieux
400 copies/L						
EMN n°3	-	+	-			
4 800 copies/L						

3 Bilan et conclusions

Ces travaux portant sur 166 eaux conditionnées avaient pour objectif de dresser un état des lieux de l'exposition de la population à 145 polluants organiques et minéraux ainsi qu'à un panel de bactéries et virus pathogènes à tropisme hydrique et dont la présence n'a que peu été étudiée dans les eaux conditionnées. Au total plus de 30 000 résultats ont été obtenus.

Les résultats analytiques indiquent que les ressources en eau utilisées pour la production d'eaux conditionnées sont très peu affectées par les polluants en lien avec les activités agricoles, industrielles et domestiques. Sur les 145 composés chimiques recherchés, 119 n'ont jamais été quantifiés. Sur les 166 eaux analysées, 127 ne présentent aucun résultat supérieur à la limite de quantification de ces composés, hors métaux, soit près de 75 %.

Les quelques composés, autres que métaux, détectés se situaient à des concentrations en-dessous du microgramme par litre, et les composés les plus fréquemment détectés étaient les pesticides et leurs métabolites.

Les fréquences de quantification observées dans les eaux minérales naturelles et les eaux de source n'apparaissent pas significativement différentes.

D'un point de vue microbiologique, malgré l'utilisation d'outils analytiques très sensibles, plus de 97% des échantillons testés se sont révélés négatifs en ce qui concerne la présence de génome des bactéries et des virus ciblés. Plus précisément, le génome d'Adénovirus A-F est responsable de la contamination de seulement 4 échantillons parmi les 160 analysés lors de cette campagne vis-à-vis des paramètres microbiologiques. Si la présence de génome reste un bon indicateur de la susceptibilité de la ressource à une contamination par un pathogène d'origine hydrique, il doit être rappelé que seules les méthodes permettant de statuer sur la capacité du micro-organisme ciblé à se multiplier apportent une information sur le potentiel infectieux. En l'occurrence, au cours de cette campagne aucune forme cultivable de bactéries ou de virus pathogènes n'a été mise en évidence y compris pour les échantillons caractérisés par les plus fortes concentrations en génome d'adénovirus A-F (< 6 103 copies/L).

La quantification de substances (comme les PFAS) ou de paramètres microbiens (tel que le génome d'Adénovirus A-F) non réglementés dans les eaux conditionnées, même à très faible concentration, montre la nécessité d'être vigilant sur les mesures actuelles de protection des aquifères et de maintenir le contrôle des ressources en eau et du processus de conditionnement, afin d'en préserver leur qualité.

Date de validation du rapport : 29 Juin 2018

4 Remerciements

Les auteurs remercient particulièrement la Direction Générale de la Santé (bureau de la qualité des eaux) pour son soutien financier ainsi que les Agences Régionales de Santé et les établissements de conditionnement d'eau qui se sont impliqués dans la collecte des échantillons.

5 Bibliographie

5.1 Publications

- Al-Shatri, M. A., A. A. Nuhu, and C. Basheer. 2014. "Determination of Haloacetic Acids in Bottled and Tap Water Sources by Dispersive Liquid-Liquid Microextraction and GC-MS Analysis." *Scientific World Journal* 2014. doi: 10.1155/2014/695049.
- ANSES. (2012a). AVIS de l'Anses relatif à l'élaboration d'une valeur toxicologique de référence chronique par ingestion pour le phtalate de bis(2-éthylhexyle) (DEHP) (CAS 117-81-7) - Saisine n°2012-SA-0180.
- ANSES. (2012b). AVIS de l'Anses relatif à l'évaluation des risques sanitaires liés aux dépassements de la limite de qualité du chrome dans les eaux destinées à la consommation humaine - Saisine n°2011-SA-0127.
- ANSES. (2013a). AVIS de l'Anses relatif à l'évaluation des risques sanitaires liés à la présence de résidus de médicaments dans les eaux destinées à la consommation humaine : méthode générale et application à la carbamazépine et à la danofloxacine.
- ANSES. (2014). AVIS de l'Anses relatif à la présence d'ions perchlorate dans le lait infantile et dans l'eau destinée à la consommation humaine en France - Saisine n°2011-SA-0208 et n°2011-SA-0336.
- ANSES. (2015). AVIS du 17 mars 2015 de l'Anses relatif à « Évaluation des risques sanitaires liés à la présence de kétoprofène ou d'ibuprofène dans les eaux destinées à la consommation humaine » - Saisine n°2013-SA-0081.
- ANSES. (2017). AVIS de l'Anses relatif à l'évaluation des risques sanitaires d'alkyls per- et polyfluorés dans les eaux destinées à la consommation humaine - Saisine n°2015-SA-0105. 55.
- ANSES, Laboratoire d'Hydrologie de Nancy. (2011a). Campagne nationale d'occurrence des résidus de médicaments dans les eaux destinées à la consommation humaine : ressources en eaux brutes et eaux traitées. 31.
- ANSES, Laboratoire d'Hydrologie de Nancy. (2011b). Campagne nationale d'occurrence des composés alkyls perfluorés dans les eaux destinées à la consommation humaine. Maisons-Alfort, 120.
- ANSES, Laboratoire d'Hydrologie de Nancy. (2013b). Campagne nationale d'occurrence de polluants émergents dans les eaux destinées à la consommation humaine : Perchlorates et Nitrosamines. 56.
- Asami, M., K. Kosaka, and N. Yoshida. 2009. "Occurrence of chlorate and perchlorate in bottled beverages in Japan." *Journal of Health Science* 55 (4):549-553. doi: 10.1248/jhs.55.549.
- Auvray, F., C. Lecureuil, F. Dilasser, J. Taché, and S. Derzelle. 2009. "Development of a real-time PCR assay with an internal amplification control for the screening of Shiga toxin-producing *Escherichia coli* in foods." *Letters in Applied Microbiology* 48 (5):554-559. doi: 10.1111/j.1472-765X.2009.02561.x.
- Bach, C., X. Dauchy, I. Severin, J. F. Munoz, S. Etienne, and M. C. Chagnon. 2013. "Effect of temperature on the release of intentionally and non-intentionally added substances from polyethylene terephthalate (PET) bottles into water: Chemical analysis and potential toxicity." *Food Chemistry* 139 (1-4):672-680. doi: 10.1016/j.foodchem.2013.01.046.
- Bach, C., X. Dauchy, I. Severin, J. F. Munoz, S. Etienne, and M. C. Chagnon. 2014. "Effect of sunlight exposure on the release of intentionally and/or non-intentionally added substances from polyethylene terephthalate (PET) bottles into water: Chemical analysis and in vitro toxicity." *Food Chemistry* 162:63-71. doi: 10.1016/j.foodchem.2014.04.020.

- Boiteux, V., C. Bach, V. Sagres, J. Hemard, A. Colin, C. Rosin, J. F. Munoz, and X. Dauchy. 2016. "Analysis of 29 per- and polyfluorinated compounds in water, sediment, soil and sludge by liquid chromatography–tandem mass spectrometry." *International Journal of Environmental Analytical Chemistry* 96 (8):705-728. doi: 10.1080/03067319.2016.1196683.
- Bono-Blay, F., A. Guart, B. de la Fuente, M. Pedemonte, M. C. Pastor, A. Borrell, and S. Lacorte. 2012. "Survey of phthalates, alkylphenols, bisphenol A and herbicides in Spanish source waters intended for bottling." *Environmental Science and Pollution Research* 19 (8):3339-3349. doi: 10.1007/s11356-012-0851-y.
- Chwastowska, J., W. Skwara, E. Sterlińska, and L. Pszonicki. 2005. "Speciation of chromium in mineral waters and salinas by solid-phase extraction and graphite furnace atomic absorption spectrometry." *Talanta* 66 (5):1345-1349. doi: 10.1016/j.talanta.2005.01.055.
- Cicchella, D., S. Albanese, B. De Vivo, E. Dinelli, L. Giaccio, A. Lima, and P. Valera. 2010. "Trace elements and ions in Italian bottled mineral waters: Identification of anomalous values and human health related effects." *Journal of Geochemical Exploration* 107 (3):336-349. doi: 10.1016/j.gexplo.2010.04.004.
- Colin, A., C. Bach, C. Rosin, J. F. Munoz, and X. Dauchy. 2014. "Is drinking water a major route of human exposure to alkylphenol and bisphenol contaminants in France?" *Archives of Environmental Contamination and Toxicology* 66 (1):86-99. doi: 10.1007/s00244-013-9942-0.
- Décret Français. Arrêté du 14 mars 2007 relatif aux critères de qualité des eaux conditionnées, aux traitements et mentions d'étiquetage particuliers des eaux minérales naturelles et de source conditionnées ainsi que dans l'eau minérale naturelle distribuée en buvette publique. n°, texte n° NOR : SANP0721398A, du. En ligne <.
- Dévier, M. H., K. Le Menach, L. Viglino, L. Di Gioia, P. Lachassagne, and H. Budzinski. 2013. "Ultra-trace analysis of hormones, pharmaceutical substances, alkylphenols and phthalates in two French natural mineral waters." *Science of the Total Environment* 443:621-632. doi: 10.1016/j.scitotenv.2012.10.015.
- Direction générale de la santé. 2013. Instruction N° DGS/EA4/2013/229 du 6 juin 2013 relative aux campagnes nationales de mesures de paramètres émergents et microbiologiques dans les eaux conditionnées et de mesures du chrome total, du chrome hexavalent et des phthalates dans les eaux fournies par un réseau de distribution public.
- Direction Générale de la Santé. (2016). Bilan de la qualité de l'eau au robinet du consommateur vis-à-vis des pesticides en 2014. 14, avenue Duquesne 75350 Paris 07 SP,
- EFSA. (2015). Avis scientifique sur le bisphénol A (2015).
- Ericson, I., M. Nadal, B. Van Bavel, G. Lindström, and J. L. Domingo. 2008. "Levels of perfluorochemicals in water samples from Catalonia, Spain: Is drinking water a significant contribution to human exposure?" *Environmental Science and Pollution Research* 15 (7):614-619. doi: 10.1007/s11356-008-0040-1.
- Fuhrman, J. A., X. Liang, and R. T. Noble. 2005. "Rapid detection of enteroviruses in small volumes of natural waters by real-time quantitative reverse transcriptase PCR." *Applied and Environmental Microbiology* 71 (8):4523-4530. doi: 10.1128/AEM.71.8.4523-4530.2005.
- Garnier, A., C. Rosin, B. Jedor, X. Dauchy, T. Cartier, and J. F. Munoz. 2012. "Perchlorate in drinking water: National screening study in France." *Journal Europeen d'Hydrologie* 43 (2):133-148. doi: 10.1051/wqual/2013014.
- Gellrich, V., H. Brunn, and T. Stahl. 2013. "Perfluoroalkyl and polyfluoroalkyl substances (PFASs) in mineral water and tap water." *Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering* 48 (2):129-135. doi: 10.1080/10934529.2013.719431.

- González Alonso, S., Y. Valcárcel, J. C. Montero, and M. Catalá. 2012. "Nicotine occurrence in bottled mineral water: Analysis of 10 brands of water in Spain." *Science of The Total Environment* 416:527-531. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.scitotenv.2011.11.046>.
- Guart, A., F. Bono-Blay, A. Borrell, and S. Lacorte. 2011. "Migration of plasticizersphthalates, bisphenol A and alkylphenols from plastic containers and evaluation of risk." *Food Additives and Contaminants - Part A Chemistry, Analysis, Control, Exposure and Risk Assessment* 28 (5):676-685. doi: 10.1080/19440049.2011.555845.
- Iannece, P., O. Motta, R. Tedesco, M. Carotenuto, and A. Proto. 2013. "Determination of Perchlorate in Bottled Water from Italy." *Water (Switzerland)* 5 (2):767-779. doi: 10.3390/w5020767.
- Jothikumar, N., T. L. Cromeans, V. R. Hill, X. Lu, M. D. Sobsey, and D. D. Erdman. 2005. "Quantitative real-time PCR assays for detection of human adenoviruses and identification of serotypes 40 and 41." *Applied and Environmental Microbiology* 71 (6):3131-3136. doi: 10.1128/AEM.71.6.3131-3136.2005.
- Jothikumar, N., J. A. Lowther, K. Henshilwood, D. N. Lees, V. R. Hill, and J. Vinjé. 2005. "Rapid and sensitive detection of noroviruses by using TaqMan-based one-step reverse transcription-PCR assays and application to naturally contaminated shellfish samples." *Applied and Environmental Microbiology* 71 (4):1870-1875. doi: 10.1128/AEM.71.4.1870-1875.2005.
- Keresztes, S., E. Tatár, Z. Czégény, G. Zárny, and V. G. Mihucz. 2013. "Study on the leaching of phthalates from polyethylene terephthalate bottles into mineral water." *Science of the Total Environment* 458-460:451-458. doi: 10.1016/j.scitotenv.2013.04.056.
- Krachler, M., and W. Shotyk. 2009. "Trace and ultratrace metals in bottled waters: Survey of sources worldwide and comparison with refillable metal bottles." *Science of the Total Environment* 407 (3):1089-1096. doi: 10.1016/j.scitotenv.2008.10.014.
- Kunacheva, C., S. Fujii, S. Tanaka, S. K. Boontanon, S. Poothong, T. Wongwatthana, and B. R. Shivakoti. 2010. "Perfluorinated compounds contamination in tap water and bottled water in Bangkok, Thailand." *Journal of Water Supply: Research and Technology - AQUA* 59 (5):345-354. doi: 10.2166/aqua.2010.063.
- Lardy-Fontan, S., V. Le Diouon, C. Drouin, B. Lalere, S. Vaslin-Reimann, X. Dauchy, and C. Rosin. 2017. "Validation of a method to monitor the occurrence of 20 relevant pharmaceuticals and personal care products in 167 bottled waters." *Science of the Total Environment* 587-588:118-127. doi: 10.1016/j.scitotenv.2017.02.074.
- Le Coadou, L., K. Le Ménach, P. Labadie, M. H. Dévier, P. Pardon, S. Augagneur, and H. Budzinski. 2017. "Quality survey of natural mineral water and spring water sold in France: Monitoring of hormones, pharmaceuticals, pesticides, perfluoroalkyl substances, phthalates, and alkylphenols at the ultra-trace level." *Science of the Total Environment* 603-604:651-662. doi: 10.1016/j.scitotenv.2016.11.174.
- Leivadara, Stavroula V., Anastasia D. Nikolaou, and Themistokles D. Lekkas. 2008. "Determination of organic compounds in bottled waters." *Food Chemistry* 108 (1):277-286. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.10.031>.
- Li, T., D. Yu, Q. Xian, A. Li, and C. Sun. 2015. "Variation of levels and distribution of N-nitrosamines in different seasons in drinking waters of East China." *Environmental Science and Pollution Research* 22 (15):11792-11800. doi: 10.1007/s11356-015-4475-x.
- Li, X., G. G. Ying, H. C. Su, X. B. Yang, and L. Wang. 2010. "Simultaneous determination and assessment of 4-nonylphenol, bisphenol A and triclosan in tap water, bottled water and baby bottles." *Environment International* 36 (6):557-562. doi: 10.1016/j.envint.2010.04.009.
- Liu, Yongjian, and Shifen Mou. 2004. "Determination of bromate and chlorinated haloacetic acids in bottled drinking water with chromatographic methods." *Chemosphere* 55 (9):1253-1258. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2003.12.023>.

- Loi Française. LOI n° 2012-1442 du 24 décembre 2012 visant à la suspension de la fabrication, de l'importation, de l'exportation et de la mise sur le marché de tout conditionnement à vocation alimentaire contenant du bisphénol A n°, texte n°, du. En ligne <.
- Ménard, A., F. Datchet, V. Prouzet-Mauleon, M. Oleastro, and F. Mégraud. 2005. "Development of a real-time fluorescence resonance energy transfer PCR to identify the main pathogenic *Campylobacter* spp." *Clinical Microbiology and Infection* 11 (4):281-287. doi: <https://doi.org/10.1111/j.1469-0691.2005.01072.x>.
- Misund, A., B. Frengstad, U. Siewers, and C. Reimann. 1999. "Variation of 66 elements in European bottled mineral waters." *Science of the Total Environment* 243-244:21-41. doi: 10.1016/S0048-9697(99)00307-1.
- Monpoeho, S., A. Dehée, B. Mignotte, L. Schwartzbrod, V. Marechal, J. C. Nicolas, S. Billaudel, and V. Ferré. 2000. "Quantification of enterovirus RNA in sludge samples using single tube real-time RT-PCR." *BioTechniques* 29 (1):88-93.
- Montuori, P., E. Jover, M. Morgantini, J. M. Bayona, and M. Triassi. 2008. "Assessing human exposure to phthalic acid and phthalate esters from mineral water stored in polyethylene terephthalate and glass bottles." *Food Additives and Contaminants - Part A Chemistry, Analysis, Control, Exposure and Risk Assessment* 25 (4):511-518. doi: 10.1080/02652030701551800.
- Nadaraja, A. V., P. G. Puthiyaveetil, and K. Bhaskaran. 2015. "Surveillance of perchlorate in ground water, surface water and bottled water in Kerala, India." *Journal of Environmental Health Science and Engineering* 13 (1). doi: 10.1186/s40201-015-0213-z.
- Pallez, C., X. Dauchy, J. F. Munoz, and C. Rosin. 2015. "CHAPTER 11 Nitrosamines, Not Only Disinfection By-Products (DBPs)." In *Disinfection By-products in Drinking Water*, 94-100. The Royal Society of Chemistry.
- Perret, D., A. Gentili, S. Marchese, A. Greco, and R. Curini. 2006. "Sulphonamide Residues in Italian Surface and Drinking Waters: A Small Scale Reconnaissance." *Chromatographia* 63 (5):225-232. doi: 10.1365/s10337-006-0737-6.
- Py, J. S. (2016). Méthode d'analyse du chrome hexavalent dans les eaux.
- Rosborg, I., B. Nihlgård, L. Gerhardsson, M. L. Gerneresson, R. Ohlin, and T. Olsson. 2005. "Concentrations of inorganic elements in bottled waters on the Swedish market." *Environmental Geochemistry and Health* 27 (3):217-227. doi: 10.1007/s10653-004-1612-8.
- (2014) Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. SANCO/12571/2013 (indice de classement).
- Santos, I. C., H. Guo, R. B. R. Mesquita, A. O. S. S. Rangel, D. W. Armstrong, and K. A. Schug. 2015. "Paired-ion electrospray ionization - triple quadrupole tandem mass spectrometry for quantification of anionic surfactants in waters." *Talanta* 143:320-327. doi: 10.1016/j.talanta.2015.04.081.
- Tissier, A., M. Denis, P. Hartemann, and B. Gassilloud. 2012. "Development of a rapid and sensitive method combining a cellulose ester microfilter and a real-time quantitative PCR assay to detect *Campylobacter jejuni* and *Campylobacter coli* in 20 liters of drinking water or low-turbidity waters." *Applied and Environmental Microbiology* 78 (3):839-845. doi: 10.1128/AEM.06754-11.
- Wu, Q., T. Zhang, H. Sun, and K. Kannan. 2010. "Perchlorate in tap water, groundwater, surface waters, and bottled water from China and its association with other inorganic anions and with disinfection byproducts." *Archives of Environmental Contamination and Toxicology* 58 (3):543-550. doi: 10.1007/s00244-010-9485-6.

5.2 Normes

AFNOR. Août 2008. NF EN ISO 16266 (août 2008)- Qualité de l'eau - Détection et dénombrement de *Pseudomonas aeruginosa* - Méthode par filtration sur membrane. AFNOR (indice de classement T 90-419)

AFNOR. Juillet 1999. NF EN ISO 6222 (juillet 1999)- Qualité de l'eau - Dénombrement des micro-organismes revivifiables - Comptage des colonies par ensemencement dans un milieu de culture nutritif gélosé. AFNOR (indice de classement T 90-401)

ISO. Novembre 2012. ISO/TS 13136 (novembre 2012). Microbiologie des aliments - Méthode basée sur la réaction de polymérisation en chaîne (PCR) en temps réel pour la détection des micro-organismes pathogènes dans les aliments -- Méthode horizontale pour la détection des *Escherichia coli* producteurs de Shigatoxines (STEC) et la détermination des sérogroupes O157, O111, O26, O103 et O145

SANCO/12571/2013. 2014. Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. edited by European Commission.

5.3 Législation et réglementation

MINISTERE DE LA SANTE ET DES SOLIDARITES. Aout 2017. Arrêté du 14 mars 2007 relatif aux critères de qualité des eaux conditionnées, aux traitements et mentions d'étiquetage particuliers des eaux minérales naturelles et de source conditionnées ainsi que dans l'eau minérale naturelle distribuée en buvette publique. Journal officiel, n°81, page 6431, texte n° 46, du 5 avril 2007. En ligne <<https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000000274485&categorieLien=id>>

PRESIDENT DE LA REPUBLIQUE. LOI n° 2012-1442 du 24 décembre 2012 visant à la suspension de la fabrication, de l'importation, de l'exportation et de la mise sur le marché de tout conditionnement à vocation alimentaire contenant du bisphénol A. Journal officiel, n°0300, page 20395, texte n° 2, du 26 décembre 2012. En ligne <<https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000026830015&categorieLien=id>>

ANNEXES

Annexe 1 : Lettre de la demande



Ministère des affaires sociales et de la santé

Direction générale de la santé

Sous-direction « Prévention des risques
liés à l'environnement et à l'alimentation »
Bureau « Qualité des eaux »

Personnes chargées du dossier :

Nathalie FRANQUES

mél : nathalie.franques@sante.gouv.fr

Béatrice JÉDOR

mél : beatrice.jedor@sante.gouv.fr

Bérengère LEDUNOIS

mél : berengere.ledunois@sante.gouv.fr

tél. : 01 40 56 50 85

fax : 01 40 56 50 56

La ministre des affaires sociales et de la santé

à

Mesdames et messieurs les Directeurs
Généraux des Agences régionales de santé
(ARS)

Copie :

Mesdames et messieurs les Préfets de région et
de département

INSTRUCTION N° DGS/EA4/2013/229 du 6 juin 2013 relative aux campagnes nationales de mesures de paramètres émergents et microbiologiques dans les eaux conditionnées et de mesures du chrome total, du chrome hexavalent et des phtalates dans les eaux fournies par un réseau de distribution public

Date d'application : immédiate

Classement thématique : santé environnementale

Validée par le CNP le 7 juin 2013 - Visa CNP 2013-132

Publiée au BO : non

Déposée sur le site circulaire.legifrance.gouv.fr : non

Résumé :

La présente instruction a pour principaux objectifs de :

- présenter les modalités de mise en œuvre des campagnes réalisées par le laboratoire d'hydrologie de Nancy (LHN) de l'Agence nationale de sécurité sanitaire (Anses) en 2013 et 2014 concernant la recherche :
 - du chrome total, du chrome hexavalent et des phtalates dans les eaux brutes et les eaux fournies par un réseau de distribution public,
 - de différents paramètres émergents et microbiologiques dans les eaux conditionnées ;
- préciser le rôle des Agences régionales de santé dans le cadre de ces campagnes.

Annexe 2 : Composés analysés et performances des méthodes mises en œuvre.

Tableau : Rendements moyens (R) et écart-type relatifs évalués à la limite de quantification (LQ) dans une eau fortement minéralisée (5 réplicats).

Familles	Composés	N° CAS	LQ	R	Incertitude	
Alkylphénols et bisphénols	Bisphenol A (BPA)	80-05-7	25	99 ± 8	20	
	Bisphenol F (BPF)	620-92-8	25	96 ± 13	30	
	4n-Nonylphenol (4n-NP)	104-40-5	250	98 ± 14	33	
	4n-Octylphenol (4n-OP)	1806-26-4	250	101 ± 16	36	
	4-Nonylphenol (4-NP)	84852-15-3	100	106 ± 13	34	
	Nonylphenoxyacetic acid (NP1EC)	3115-49-9	25	108 ± 11	32	
	Octylphenoxyacetic acid (OP1EC)	15234-85-2	25	91 ± 12	31	
	4tert-Butylphenol (4-TertBP)	98-54-4	100	97 ± 7	18	
	4tert-Octylphenol (4-TertOP)	140-66-9	50	105 ± 8	23	
	Bisphenol A diglycidyl ether (BADGE)	1675-54-3	25	81 ± 9	42	
	Bisphenol F diglycidyl ether (BFDGE)	2095-03-6	25	87 ± 13	39	
	Nonylphenol monoethoxylate (NP1EO)	104-35-8	100	102 ± 12	28	
	Nonylphenol diethoxylate (NP2EO)	20427-84-3	25	105 ± 6	20	
	Octylphenol monoethoxylate (OP1EO)	51437-89-9	50	104 ± 15	36	
	Octylphenol diethoxylate (OP2EO)	51437-90-2	25	106 ± 9	25	
	Acides haloacétiques	Bromochloroacetic acid (BCAA)	5589-98-8	2000	104 ± 15	36
		Bromodichloroacetic acid (BDCAA)	71133-14-7	5000	108 ± 11	32
Chlorodibromoacetic acid (CDBAA)		5278-95-5	10000	107 ± 14	37	
Dibromoacetic acid (DBAA)		631-64-1	2000	100 ± 10	24	
Dichloroacetic acid (DCAA)		79-43-6	2000	99 ± 15	34	
Monobromoacetic acid (MBAA)		79-08-3	5000	101 ± 28	46	
Monochloroacetic acid (MCAA)		79-11-8	5000	98 ± 8	20	
Tribromoacetic acid (TBAA)		75-96-7	5000	114 ± 18	54	
Nitrosamines	Trichloroacétique acid (TCAA)	76-03-9	5000	101 ± 13	30	
	N-nitroso-n-buthylamine (NDBA)	924-16-3	25	112 ± 4	27	
	N-nitrosodiethylamine (NDEA)	55-18-5	5	102 ± 11	31	
	N-nitrosodimethylamine (NDMA)	62-75-9	5	120 ± 16	34	
	N-nitroso-n-propylamine (NDPA)	621-64-7	5	97 ± 12	28	
	N-nitrosodiphenylamine (NDPhA)	86-30-6	25	91 ± 5	23	
	N-nitrosomethylethylamine (NMEA)	10595-95-6	5	99 ± 6	17	
	N-nitrosomorpholine (NMOR)	59-89-2	10	107 ± 9	27	
Perchlorate	N-nitrosopiperidine (NPIP)	100-75-4	10	98 ± 18	40	
	N-nitrosopyrrolidine (NPYR)	390-55-2	25	118 ± 12	51	
Perchlorate	Perchlorate	7778-74-7	500	93 ± 7	22	

Familles	Composés	N° CAS	LQ	R	Incertitude
Pesticides et métabolites	Acetochlor	34256-82-1	20	107 ± 10	29
	Atrazine	1912-24-9	5	99 ± 7	18
	Atrazine deisopropyl (DIA)	1007-28-9	10	101 ± 9	23
	Atrazine desethyl (DEA)	6190-65-4	10	106 ± 12	33
	Atrazine desethyl deisopropyl (DEDIA)	3397-62-4	20	112 ± 14	44
	Atrazine-2-hydroxy (OH-atrazine)	2163-68-0	10	80 ± 7	43
	Bentazone	25057-89-0	5	105 ± 6	20
	Bromacil	314-40-9	20	102 ± 9	22
	Bromoxynil	1689-84-5	5	78 ± 13	51
	Carbendazime	10605-21-7	5	72 ± 9	59
	Carbofuran	1563-66-2	5	105 ± 10	27
	Chlorbufam	1967-16-4	20	107 ± 8	26
	Chlorotoluron	15545-48-9	5	108 ± 9	29
	2,6-Dichlorobenzamide	2008-58-4	20	109 ± 8	27
	2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D)	94-75-7	10	109 ± 13	37
	Desmedipham	13684-56-5	5	81 ± 16	30
	Dicamba	1918-00-9	100	111 ± 17	47
	Dichlorprop	15165-67-0	20	100 ± 7	19
	Dimetachlor	50563-36-5	5	99 ± 10	24
	Dinoterb	1420-07-1	100	85 ± 13	40
	Diuron	330-54-1	20	99 ± 10	24
	Ethidimuron	30043-49-3	10	96 ± 11	26
	Fenpropidine	67306-00-7	10	118 ± 6	40
	Fenuron	101-42-8	5	100 ± 7	18
	Florasulam	145701-23-	10	102 ± 11	28
	Hexazinone	51235-04-2	5	109 ± 17	47
	loxynil	1689-83-4	5	92 ± 3	20
	Isoproturon	34123-59-6	5	104 ± 10	26
	Lenacile	2164-08-1	10	98 ± 17	39
	MCPA	94-74-6	10	106 ± 6	20
	Metazachlor	67129-08-2	5	106 ± 6	21
	Metolachlor	51218-45-2	5	106 ± 8	25
	Metolachlor ESA	947601-85-	5	139 ± 17	95
Metolachlor OXA	-	10	129 ± 8	65	
Oxadiazon	19666-30-9	10	95 ± 10	26	
Oxadixyl	77732-09-3	10	108 ± 14	38	
Picloram	1918-02-1	100	116 ± 12	36	
Propiconazole	60207-90-1	5	106 ± 6	21	
Propyzamide	23950-58-5	10	102 ± 15	36	

Familles	Composés	N° CAS	LQ	R	Incertitude
	Quinmerac	90717-03-6	10	98 ± 14	33
	Simazine	122-34-9	5	103 ± 6	19
	Tebuconazole	107534-96-	5	106 ± 10	27
	Terbumeton	33693-04-8	5	114 ± 6	32
	Terbumeton desethyl	30125-64-5	5	109 ± 6	25
	Terbuthylazine	5915-41-3	5	104 ± 13	31
	Terbuthylazine desethyl	30125-63-4	5	110 ± 12	37
	Terbuthylazine hydroxy	66753-07-9	5	107 ± 10	28
	Triclopyr	55335-06-3	20	106 ± 11	30
Composés poly- et per-fluorés	4:2 Fluorotelomer sulfonate	-	4	106 ± 26	50
	6:2 Fluorotelomer sulfonate	-	4	67 ± 7	50
	8:2 Fluorotelomer sulfonate	-	4	166 ± 8	30
	Perfluorobutanoic acid (PFBA)	375-22-4	4	68 ± 4	20
	Perfluorobutane sulfonic acid (PFBS)	75-22-4	4	83 ± 14	30
	Perfluorodecanoic acide (PFDA)	335-76-2	4	80 ± 7	30
	Perfluorododecanoic acide (PFDoDA)	307-55-1	4	67 ± 7	50
	Perfluorodecane sulfonic acid (PFDS)	335-77-3	4	45 ± 8	50
	Perfluoroheptanoic acid (PFHpA)	375-85-9	4	70 ± 7	20
	Perfluoroheptane sulfonic acid	375-92-8	4	81 ± 14	25
	Perfluorohexanoic acid (PFHxA)	307-24-4	4	70 ± 5	20
	Perfluorohexane sulfonic acid (PFHxS)	355-46-4	4	94 ± 15	20
	Perfluorononanoic acid (PFNA)	375-95-1	4	66 ± 4	20
	Perfluorooctanoic acid (PFOA)	335-67-1	4	70 ± 8	25
	Perfluorooctane sulfonic acid (PFOS)	1763-23-1	4	73 ± 5	20
	Perfluoropentanoic acid (PFPeA)	2706-90-3	4	62 ± 2	25
	Perfluorotetradecanoic acid (PFTeDA)	376-06-7	10	44 ± 17	50
	Perfluorotridecanoic acide (PFTrDA)	72629-94-8	10	42 ± 24	50
	Perfluoroundecanoic acid (PFUnDA)	2058-94-8	4	75 ± 6	50
	Pharmaceutiques et hormones	Niflumic acid	-	5	100 ± 21
Salicylic acid		69-72-7	15	112 ± 19	41
17 α -ethinylestradiol		57-63-6	10	97 ± 21	38
17 β -estradiol		50-28-2	10	98 ± 18	17
Caffeine		58-08-2	30	102 ± 12	25
Carbamazepine		298-46-4	5	92 ± 10	18
Diclofenac		15307-79-6	5	97 ± 19	39
10,11-epoxycarbamazepine		36507-30-9	5	104 ± 15	38
Estrone		53-16-7	10	98 ± 18	34
Gabapentine		60142-96-3	10	87 ± 24	34
	Ibuprofen	15687-21-1	28	111 ± 20	43

Familles	Composés	N° CAS	LQ	R	Incertitude
	Ketoprofen	22071-15-4	5	98 ± 11	22
	Losartan	114798-26-	5	93 ± 19	43
	Metformin	1115-70-4	10	96 ± 13	20
	Ofloxacin	82419-36-1	5	89 ± 20	37
	Oxazepam	604-75-1	5	104 ± 16	35
	Paracetamol	103-90-2	10	96 ± 19	36
	Sulfamethoxazole	723-46-6	5	101 ± 13	27
	Tamoxifen	10540-29-1	5	94 ± 15	29
	Tramadol	-	5	102 ± 16	16
Phtalates et adipate	Benzylbutyl phtalate (BBP)	85-68-7	60	95 ± 18	17
	Dicyclohexyl phtalate (DCHP)	84-61-7	60	100 ± 8	26
	Di-2-ethylhexyl adipate (DEHA)	103-23-1	60	116 ± 8	31
	Di-2-ethylhexyl phtalate (DEHP)	117-81-7	160	103 ± 11	27
	Diethyl phtalate (DEP)	84-66-2	200	123 ± 15	37
	Diisobutyl phtalate (DiBP)	84-69-5	160	115 ± 26	35
	Dimethyl phtalate (DMP)	131-11-3	60	115 ± 7	25
	Dibutyl phtalate (DnBP)	84-74-2	100	134 ± 13	55
	Dihexyl phtalate (DHxP)	84-75-3	60	121 ± 14	32
	Di-n-octyl phtalate (DnOP)	117-84-0	60	114 ± 11	24

Annexe 3 : Comparaison des résultats avec ceux obtenus par la chambre syndicale des eaux minérales et le syndicat des eaux de source.

Le Laboratoire de Physico- et Toxicochimie de l'environnement (LPTC) de Bordeaux a recherché un grand nombre de polluants émergents dans des eaux conditionnées pour le compte de la chambre syndicale des eaux minérales et le syndicat des eaux de source. Les résultats ont été communiqués au LHN pour comparaison.

40 échantillons ont été analysés par le LPTC, tous ont été analysés dans le cadre de l'enquête du LHN.

65 analytes sont communs aux deux études. Ces molécules font partie des familles de polluants suivantes : médicaments, pesticides, alkylphénols, PFAS et phtalates (détail disponible dans le tableau ci-après).

Les résultats, par échantillon, des deux laboratoires sont présentés sur la figure ci-dessous.

Tous les échantillons retrouvés négatifs par le LPTC ont également été retrouvés négatifs par le LHN. Seuls 4 échantillons positifs selon le LPTC ont été retrouvés négatifs par le LHN. Pour 3 d'entre eux, cela s'explique par des résultats étant inférieurs aux limites de quantification du LHN. Il reste une seule valeur divergente : 14 ng/L en metolachlore ESA (métabolite de pesticide) mesurée par le LPTC dans une eau minérale naturelle. Cette molécule n'a pas été détectée par le LHN (LQ de 5 ng/L), dans 2 lots différents analysés.

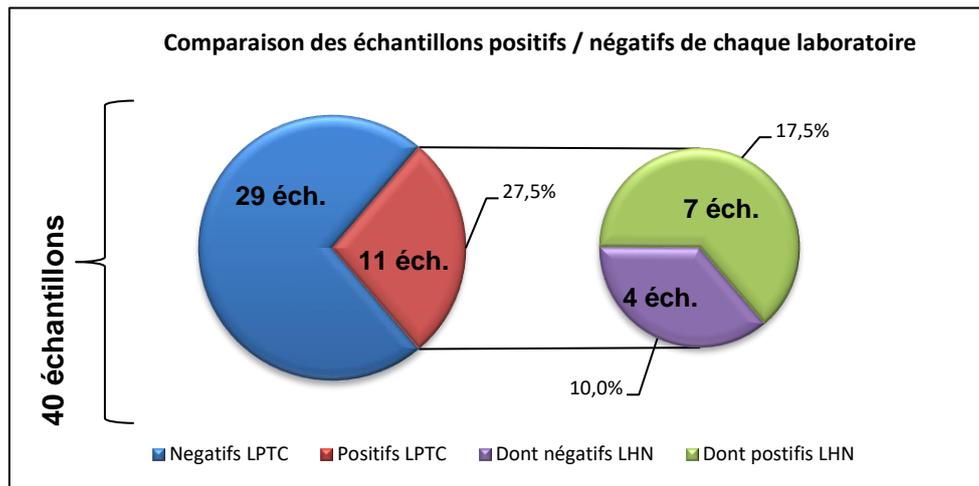


Figure : Comparaison des résultats d'analyse par échantillon

Tableau : Liste des molécules communes aux études du LHN et du LPTC

Famille	Composé	Famille	Composé
<i>Alkylphénols et bisphénols</i>	4-TertBP	<i>Phthalates et adipate</i>	BBP
	4-TertOP		DCHP
	4-NP		DEHP
	NP1EC		DEP
	NP1EO		DMP
	NP2EO		DnBP
	OP1EO		DHxP
	OP2EO		DnOP
<i>Alkyl per- et poly-fluorés (PFAS)</i>	PFBA	<i>Résidus pharmaceutiques</i>	17 α -éthynylœstradiol
	PFBS		17 β -œstradiol
	PFDA		Acide salicylique
	PFHpA		Caféine
	PFHxA		Carbamazépine
	PFHxS		Carbamazépine-10,11-époxyde
	PFOA		Diclofenac
	PFOS		Gabapentine
	PFNA		Ibuprofène
	PFPA		Ketoprofène
<i>Pesticides et métabolites</i>	Acetochlor		Losartan
	Atrazine		Oestrone
	Atrazine 2 hydroxy		Ofloxacine
	DEA		Oxazepam
	DIA		Paracétamol
	Carbendazime		Sulfaméthoxazole
	Carbofuran		Tamoxifen
	Chlorotoluron		
	Dimetachlore		
	Diuron		
	Fenpropidine		
	Hexazinone		
	Isoproturon		
	Metazachlore		
	Metolachlore ESA		
	Metolachlore OXA		
	Picloram		
	Propiconazole		
	Simazine		
	Tebuconazole		
Terbutylazine			
Terbutylazine desethyl			

Notes
