

Actualités AQUAREF

Journées scientifiques ASLAE
Montbéliard
23 Novembre 2016

Jean Philippe GHESTEM
AQUAREF-BRGM

Sommaire

1. Sollicitation ASLAE « MES et injection directe »
2. Réseau de surveillance prospective
 - Liste de vigilance
 - Etude de démonstration échantillonnage passif
3. Actualités diverses
 - Journées techniques échantillonnage et analyse
 - Actions « Stabilité des substances »
 - EIL et MRC
 - Codification SANDRE
 - Guides Ministère et AQUAREF

1- Sollicitation ASLAE

« MES et injection directe »

MES et injection directe

- Sollicitation d'AQUAREF par ASLAE en Mars 2016 (courrier de R. Colin)
 - Méthodes d'analyse par injection directe : compatibilité avec les exigences réglementaires ?
 - Pistes de réflexion pour l'évolution de la surveillance
- Rejoint des réflexions récentes d'AQUAREF (Cf guide AQUAREF 2013-2014)
 - Premières recommandations sur l'analyse possible de certaines substances sur la fraction dissoute
- Information des gestionnaires par AQUAREF
 - En mai : discussion sur la préparation « Guide Ministère »
 - En Novembre (15/11) lors de la réunion annuelle AQUAREF – Agences de l'eau- DEB ONEMA
- Echanges AQUAREF – LH Nancy
 - Mais surveillance « Santé » moins concernée que « Environnement »
- Réponse AQUAREF à ASLAE le 16/9/16

MES et injection directe

- Rappel définitions SANDRE
 - Fraction « Eau brute » : code 23
 - Fraction du support « eau » indiquant que la méthode de détermination analytique a été menée sans discrimination des phases aqueuse et particulaire tout au long du processus. Ceci inclut notamment des étapes d'extraction ou de minéralisation prenant en compte la phase particulaire.
 - Fraction « Phase aqueuse de l'eau » code 3
 - Fraction d'un support « eau » obtenue après une étape d'élimination de la phase particulaire (ex : filtrée, centrifugée) que cette étape ait lieu à n'importe quel moment du processus analytique.

MES et injection directe : réponses AQUAREF

- Préambule
 - Evolution des pratiques analytiques
 - Veiller à la compatibilité avec les objectifs de la surveillance en termes d'évaluation des pressions et des risques.
- Enjeux importants de la question posée
 - Respect des règles de surveillance environnementale dans un cadre national mais aussi européen
 - Respect des conditions d'agrément et d'accréditation
 - Plan contractuel entre les laboratoires et les gestionnaires de marchés
 - Comparabilité des données
 - Organisation interne des laboratoires (pratiques, méthodes, développements analytiques, limites de quantification,...)

MES et injection directe : réponses AQUAREF

- Position réglementaire nationale actuelle
 - Analyse sur échantillon brut
- Position AQUAREF depuis 2013 (prenant en compte la pertinence pour la surveillance et les évolutions des techniques)
 - Autoriser des méthodes d'analyse sur phase dissoute pour certaines substances (hydrophiles) – cf CIS European Guidance Doc n°19
 - Ne pas considérer les méthodes type injection directe, SPE en ligne (utilisées sans préparation préalable de l'échantillon) comme des méthodes d'analyse sur brut mais leur associer le code SANDRE 3 (« phase aqueuse de l'eau »)

MES et injection directe : réponses AQUAREF

- Difficulté
 - disposer d'une liste exhaustive sur les paramètres de la surveillance
- Guide 2015 : liste restreinte
- Guide technique 2016: 4 catégories et liste élargie (>70 cat 2)

Catégorie	Paramètres	Analyse	Caractéristiques physico-chimique
Catégorie 1	Paramètres « Volatils »	Eau Brute [code Sandre 23] non filtrée	
Catégorie 2	Paramètres pour lesquels le résultat de l'analyse de la fraction dissoute est jugé équivalent au résultat de l'analyse sur eau brute	Eau brute [code Sandre 23] ou phase aqueuse de l'eau [code Sandre 3]	Log Kow et log Dow <2,5
Catégorie 3	Paramètres « Eau brute » L'analyse doit être conduite sur eau brute, c'est-à-dire incluant la prise en compte des matières en suspension	Eau brute [code Sandre 23]	Log Kow et log Dow >3,5
Catégorie 4	Paramètres pour lesquels AQUAREF n'a pas suffisamment d'informations consolidées pour se prononcer sur le classement en catégorie 2 ou 3. Par défaut, l'analyse doit être conduite sur eau brute (incluant la prise en compte des matières en suspension)	Eau brute [code Sandre 23]	2,5 < log kow < 3,5 et Molécules ioniques ou ionisables

Au niveau Européen

- Commission Européenne alertée des problèmes/question de mise en œuvre de la surveillance sur eau « brute »
- Ouverte à recevoir des Etats membres des propositions ou des interrogations
 - en vue de préciser si besoin le cadre d'application de la DCE en la matière

2- Réseau de surveillance prospective et liste de vigilance européenne

Contribution AQUAREF

Réseau de Surveillance Prospective

- Cadrage du réseau : Note Ministère 2016
- 3 volets
 - Substances émergentes-exercice européen : **Liste de vigilance**
 - Acquisition de connaissances sur des substances à risque pour révision liste Substances prioritaires
 - Substances émergentes-exercice national
 - **Etudes prospectives** (cf exercice 2012)
 - Acquisition de connaissances au niveau national sur des substances à risque pour révision liste SPAS (substances pertinentes à surveiller)
 - Outils innovants
 - **Exercices visant à démontrer l'applicabilité**, utilité de nouveaux outils de surveillance (échantillonneurs passifs, NTS, bioessais, ...)
- Réseau de sites pérennes (en cours de définition)
- RSP (et campagnes liées) en cours de construction

Liste de vigilance

- Principes
 - Exercice européen (Directive 2013/39/UE)
 - Substances présentant un risque significatif pour ou via l'environnement aquatique au niveau de l'Union
 - Substances pour lesquelles données de surveillance insuffisantes.
 - Acquérir des données permettant **la révision** par la commission européenne **de la liste des 45 « substances prioritaires »**.
 - Surveillance au moins une fois par an en eau de surface, dans chaque état membre
 - Au maximum 4 années de suivi pour une substance
 - Révision de la liste tous les 2 ans

Liste de vigilance - Chronogramme

- 2015
 - La décision 2015/495 (Mars 2015) établit la liste des substances de la liste de vigilance et les performances exigibles
- 2016
 - Réalisation de 2 campagnes (mai- juin et septembre-octobre)
 - Rapportage d'au moins 1 campagne à la Commission Européenne
- 2017
 - Réalisation de 2 autres campagnes + rapportage et révision de la liste de vigilance

Liste de vigilance

Les substances retenues

Substance	Code SANDRE	Code CAS	Type de substance	Limite de détection requise (ng/L)
17-Bêta-estradiol (E2)	5397	50-28-2	Hormone	0.4
Estrone (E1)	5396	53-16-7	Hormone	0.4
17-Alpha-éthynylestradiol (EE2)	2629	57-63-6	Hormone	0.035
2,6-ditert-butyl-4-méthylphenol	7815	128-37-0	Produit industriel	3160
2-Ethylhexyl 4-methoxycinnamate	7816	5466-77-3	Agent anti UV-B	6000
Oxadiazon	1667	19666-30-9	Herbicide	88
Tri-allate	1281	2303-17-5	Herbicide	670
Methiocarb	1510	2032-65-7	Insecticide	10
Imidaclopride	1877	138261-41-3	Insecticide	9
Thiaclopride	5671	111988-49-9	Insecticide	9
Thiamethoxam	6390	153719-23-4	Insecticide	9
Clothianidine	6389	210880-92-5	Insecticide	9
Acetamipride	5579	135410-20-7	Insecticide	9
Diclofénac	5349	15307-86-5	Anti-inflammatoire humain et vétérinaire	10
Erythromycine	6522	114-07-8	Antibiotique humain	90
Clarithromycine	6537	81103-11-9	Antibiotique humain	90
Azithromycine	7817	83905-01-5	Antibiotique humain	90

Liste de vigilance – Les stations

26 stations au niveau national

Agence de l'eau	Nombre de sites liste de vigilance	Nombre de sites de surveillance classique
Artois-Picardie	1	50
Rhin-Meuse	2	107
Seine-Normandie	4	216
Adour-Garonne	5	355
Loire-Bretagne	7	418
Rhône-Méditerranée-Corse	7	418
Total	26	1564

Liste de vigilance

Organisation

- Pilotage DEB et ONEMA
- Appui technique AQUAREF (pilotage BRGM dans AQUAREF)
 - Validation technique des données (avec participation autres laboratoires)
 - Interface avec DEB et ONEMA
- Echantillonnage
 - Pilotage INERIS et réalisation des échantillonnage par prestataires AE
- Analyse
 - BRGM : 11 substances pesticides et pharmaceutiques (+ MES et COT)
 - INERIS : 3 substances apolaires
 - LNE : 3 hormones
- Comite de pilotage
 - DEB, ONEMA, AE/OE, AQUAREF, ...

Liste de vigilance

Contraintes analytiques

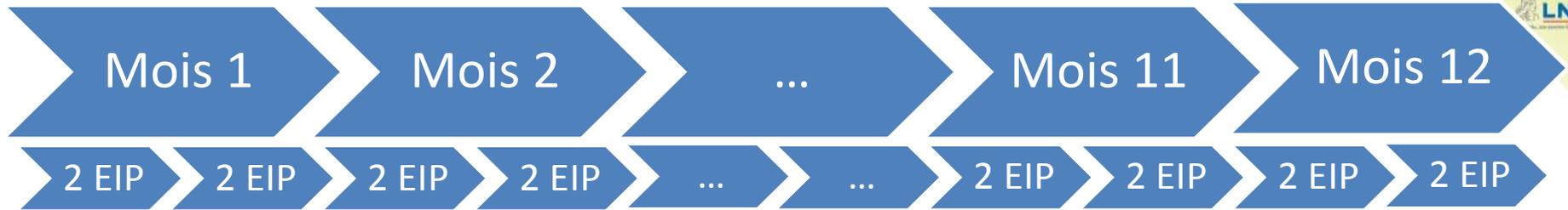
- Notion d'eau brute incluant les MES malgré les propositions de la France
 - La commission a souhaité conserver une cohérence avec les SP
- Exigences de limites de détection requises (et non pas LQ)
 - Mais rapportage pour l'instant uniquement en termes de LQ
 - « Challenge » important concernant les hormones (LNE)
- Complexité d'organiser sur le terrain des stabilisations spécifiques
 - choix d'un délai de 24h entre échantillonnage et extraction
- Fiches méthodes AQUAREF à venir premier semestre 2017
 - Validation incluant prise en compte MES
 - Données de stabilité

Etude de démonstration EIP

- Echantillonneurs Intégratifs passifs
 - Dispositifs introduits dans le milieu pendant une période donnée et accumulant des substances spécifiques (DGT, POCIS, SPMD, ...)
 - Amélioration de la représentativité temporelle et des limites de quantification
 - Nombreuses études « recherche »
 - Question de leur applicabilité réglementaire
- Etude nationale de démonstration (2017-2018)
 - Pilotage DEB ONEMA - réalisation AQUAREF
 - Montrer le caractère opérationnel des EIP et les avantages de ces outils pour la surveillance
 - Suivi temporel
 - Suivi « spatial » (application large sites/substances/outils)
 - Actions de transferts, formation : Bureaux d'étude , laboratoires, gestionnaires



Suivi temporel

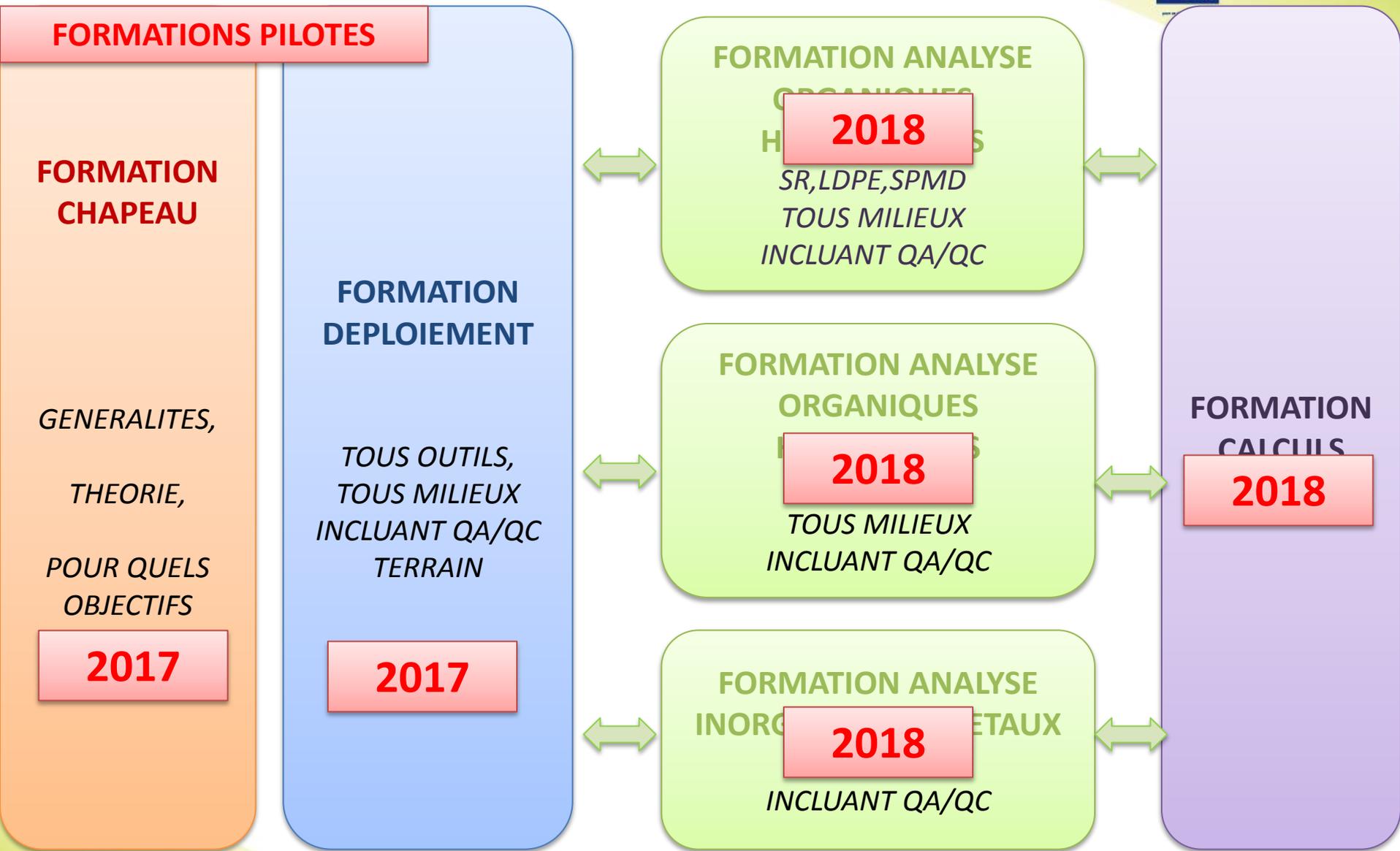


- Campagnes : de printemps 2017 à printemps 2018
- Plan d'échantillonnage :
 - EIP en double exposé pendant 15j sur une année
 - Echantillon ponctuel d'eau : un collecté tous les 15j
- Sur 3 sites contaminés (>> LQ) -> sites continentaux
- Les substances :
 - Réglementées (parmi état chimique, état écologique, SPAS, Watch List)
 - Concentrations >> LQ (pas les substances hydrophobes)

Suivi « spatial »

- Campagnes
 - De automne 2017 à automne 2018 , 1 campagne par site
- Plan d'échantillonnage :
 - EIP : Un duplicat exposé pendant 15j
 - Echantillon ponctuel d'eau : un éch. collecté à J1 et J15
- Sur 23 sites contrastés
 - 1 ou 2 sites de référence,
 - 3 sites marins et 3 sites dans les DOM
 - parmi les sites de l'étude Liste de vigilance
- Les substances :
 - Réglementées (parmi état chimique, état écologique, SPAS, Watch List)
 - Chlordécone limitée aux 3 sites en DOM
- EIP Métaux – Polaires et Hydrophobes

FORMATION TRANSFERT EIP 2017-2018



Enquête EIP

Afin d'évaluer l'intérêt de l'ensemble des acteurs pour ces formations et de proposer un contenu adapté aux différentes parties prenantes, nous vous saurions gré de bien vouloir répondre au sondage suivant. Ce questionnaire ne vous prendra que quelques minutes.



Juste quelques minutes suffisent...

<https://fr.surveymonkey.com/r/DJKFW6Q>

EIP : documents disponibles

- Documents disponibles sur le site AQUAREF
- Etudes techniques sur les performances de ces outils
 - Ex : prise en compte pics de pollution, essai collaboratif, ...
- Documents pour le transfert
 - Fiches Méthode « échantillonnage passif »
 - Documents prénormatifs
 - Métaux par EP (type DGT)
 - SPMD
 - Recommandations pour l'accréditation
 - Recommandations pour le contrôle qualité et la bancarisation (SANDRE)

3- Autres actualités AQUAREF

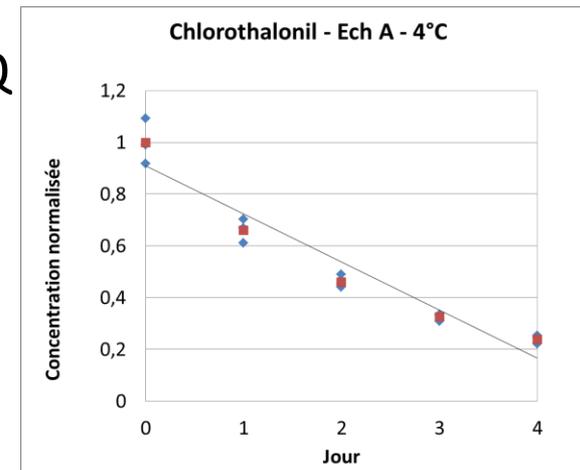
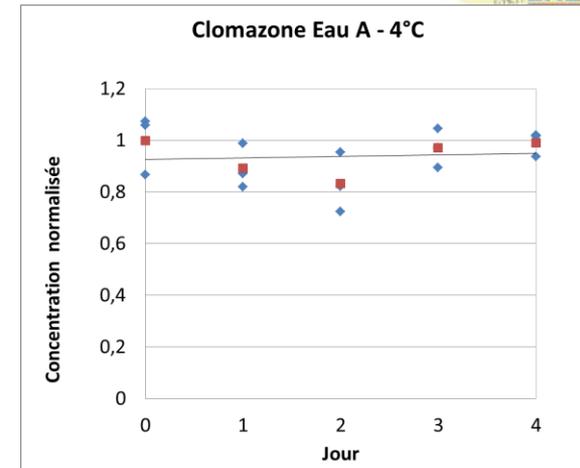
Journées techniques

- Journée technique « Echantillonnage » du 19/10/2016
 - Consacrée aux risques de contamination
 - Présentations (AQUAREF, LHN, Bureaux d'étude, Laboratoire, Evalueur) disponibles sur le site AQUAREF (<http://www.aquaref.fr/journee-technique-risques-contamination-lors-operations-echantillonnage-0>)
 - Difficultés spécifiques (Ech ou Analyse !) : DEP, DiBP (parabènes ? NBBS ?)
 - Le prélèvement doit suivre les progrès de l'analyse !!
 - Sujet complexe : ne pas hésitez à nous contacter pour faire partager les expériences
 - Journées techniques échantillonnage prévues en 2017 et 2018

- Journées techniques « Analyse »
 - 2016 (6 Décembre)
 - Analyse PBDE et HBCDD
 - Méthodes d'extraction pour l'analyse des micropolluants organiques
 - 2017 : Analyse des SPAS
 - 2018 : 1/ Liste de vigilance 2/ Non Target Screening (LC HRMS)

Etudes de stabilité

- Etude de stabilité 48 pesticides (2015)
 - 2 températures
 - 2 échantillons à matrice
 - J0 et 4 pas de temps
 - Triplicats
- Protocole harmonisé pour les études de stabilité (2016)
 - Objectif de porter en normalisation en T90Q
- Recommandations sur délais stabilité (enjeux DOM) 2015 et 2016-2018
 - Délai <24h vs Stabilité 3 jours
- Objectif également d'organiser les échanges entre laboratoires sur ce point





Analyse : fiches méthode

2016

- Biote
 - Dicofol
 - Heptachlore/epoxyde
- Eau – SPAS
 - Acide monochloracétique
 - Métabolites pesticides (chloroacétanilides)
- Sédiment – SPAS
 - Phénols

2017

- Biote
 - HAP
- Eau - Liste de vigilance
 - Nouvelles substances
- Eau – SPAS
 - Autres métabolites (cf rapport AQUAREF 2015)
 - Substances liste B avis agr.
- Sédiment – SPAS
 - Organo plomb
 - Galaxolide et méthyltriclosan
 - Insecticides pyréthrinoides

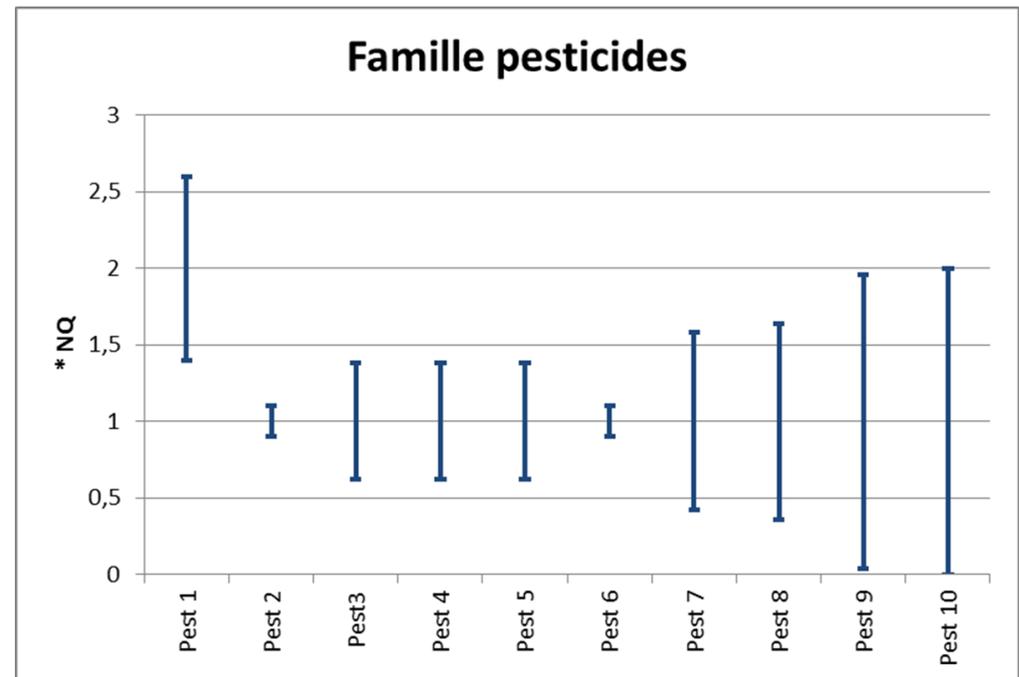
EIL et MRC

- Essais d'aptitude et MRC disponibles pour la surveillance
 - MRC
 - Inventaire AQUAREF 2014 (sédiment/biote notamment)
 - EIL : action en cours
 - Inventaire des essais d'aptitude existants pour les couples paramètres-matrices de la surveillance.
 - A disposition des laboratoires, de l'ONEMA, des évaluateurs
 - Sollicitation en cours des associations de laboratoire (pour avis)
- Essais d'aptitude mesures in situ et échantillonnage
 - Actions en cours avec OCIL (Projets AGLAE 2017)
- EIL mesures in situ en milieu marin en 2018
- AQUAREF organisera début 2018 un EIL sur sédiment brut.

EIL et MRC

- Exploitation des résultats des essais interlaboratoires en collaboration avec les OCIL
 - Synthèse des dispersions/incertitude observées au niveau des valeurs seuils réglementaires
 - En collaboration avec LHN – action en cours avec AGLAE)

Très schématiquement

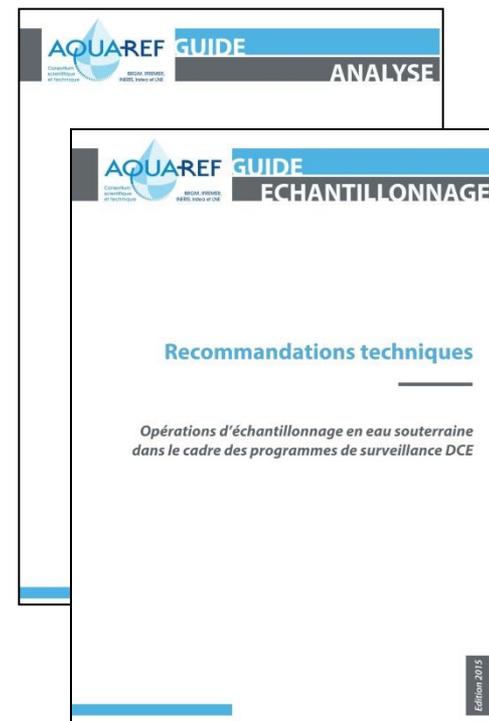


Codification SANDRE

- De plus en plus de questions concernant cette codification
- Appui AQUAREF à la cellule SANDRE
 - Principalement sur codes paramètres mais aussi fractions, supports, unités
 - En 2017 une action plus spécifique sur les méthodes devrait être engagée (cas des méthodes internes)
- Questions spécifiques de bancarisation
 - Énantiomères
 - Cas du Métolachlore et S métolachlore. Evolutions à venir sur ces paramètres (mise à jour des définitions, création de codes)
 - Et autres énantiomères
 - Problématique des « sommes » de paramètres
 - Endosulfan et/ou somme alpha bêta
 - Xylène
 - ...

Guide Ministère et guides AQUAREF

- « Guide surveillance Ministère » en préparation (DEB/ONEMA)
 - Discussion avec les AE sur la base des guides de recommandations techniques AQUAREF
- Guide de recommandations techniques AQUAREF version 2015
 - **Disponible sur le site AQUAREF**
 - Échantillonnage, analyse / ESU, ESO, EL, SED
- Evolutions à venir
 - Révision 2016 (ex : listes substances « hydrophiles »)
 - Guide biote (préparation à partir de 2017)
 - Guide rejets (2017)
 - Guide bonnes pratiques pour dispositifs de mesure en continu (2017)



Merci de votre attention !

- Merci à mes collègues AQUAREF

