



# RAPPORT D'ACTIVITE 2014

Avec le soutien de



Ce rapport a été rédigé sous la coordination de **Christine FERAY**, directrice du programme AQUAREF (INERIS), avec la contribution de :

**Jean-Philippe GHESTEM** (BRGM)

**Bruno ANDRAL, Anne DANIEL, Laurence MIOSSEC, Florence SALVETAT** (IFREMER)

**Selim AIT-AISSA, Bénédicte LEPOT, François LESTREMAU, Cécile LEVASSEUR, Marie-Pierre STRUB** (INERIS)

**Christian CHAUVIN, Marina COQUERY, Aymeric DABRIN, Nina DAGENS, Eva LIONARD, Sandrine LORIOT, Nicolas MAZZELLA, Matthieu MASSON, Cécile MIEGE** (IRSTEA)

**Julie CABILLIC, Nathalie GUIGUES, Béatrice LALERE, Sophie LARDY-FONTAN, Sophie VASLIN-REIMANN** (LNE)

*Rapport finalisé et diffusé en décembre 2015*

Référence : 15-0021A

## Sommaire

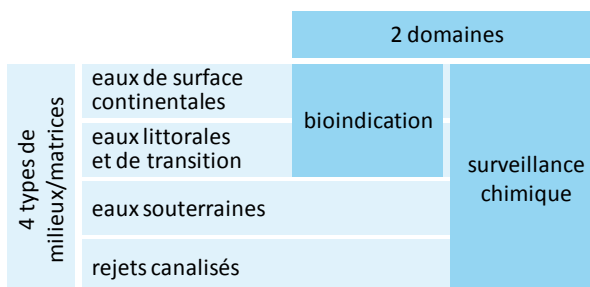
1	Introduction.....	5
2	Amélioration de la qualité de la donnée de bioindication.....	6
2.1	Acquisition de connaissances : Incertitudes des méthodes d'évaluation.....	6
2.2	Transfert opérationnel des méthodes.....	7
2.2.1	Référentiel méthodologique.....	7
2.2.2	Formation et accompagnement des opérateurs.....	7
2.2.3	Bases de données : format d'échange et expertise.....	8
2.2.4	Normalisation.....	8
3	Amélioration de la qualité de la donnée de surveillance chimique.....	9
3.1	Études, développement, validation d'outils et de méthodes.....	9
3.1.1	Opérations d'échantillonnage.....	9
3.1.2	Opérations d'analyse physico-chimique.....	10
3.1.3	Traçabilité métrologique.....	12
3.2	Transfert opérationnel des outils et méthodes.....	14
3.2.1	Référentiel méthodes et guides techniques.....	14
3.2.2	Formation et accompagnement des opérateurs.....	15
3.2.2.1	Opérations d'échantillonnage et mesures in situ.....	15
3.2.2.2	Opérations d'analyse physico-chimique.....	16
3.2.3	Bases de données : format d'échange et expertise.....	16
3.2.4	Normalisation.....	17
4	Anticipation de la surveillance chimique.....	17
4.1	Études, développement, validation d'outils.....	17
4.1.1	Échantillonneurs intégratifs.....	17
4.1.2	Capteurs et mesures en ligne.....	18
4.1.3	Prélèvement et mesure <i>in situ</i> en milieu côtier.....	20
4.1.4	Outils biologiques.....	20
4.2	Transfert opérationnel des outils.....	21
5	Expertise pour la surveillance réglementaire.....	22
5.1	Appui à la prescription réglementaire.....	22
5.2	Appui aux gestionnaires de métropole et des DROM.....	23
5.3	Appui aux stratégies nationales de surveillance.....	23
6	Valorisation des travaux.....	24
6.1	Site <a href="http://www.aquaref.fr">www.aquaref.fr</a> .....	24
6.2	Normalisation.....	24
6.3	Valorisation scientifique.....	25



# 1 Introduction

Constitué à l'initiative des pouvoirs publics pour exercer des missions d'intérêt général visant la qualité des données de surveillance des milieux aquatiques, **AQUAREF, laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques, est un consortium de 5 établissements publics : BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea et LNE.** Les 5 partenaires mettent en réseau leurs compétences et capacités de recherche et d'expertise en matière de surveillance des milieux aquatiques (eaux de surface continentales, eaux littorales, eaux souterraines, rejets canalisés) dans les domaines de la bioindication et de la chimie, afin de remplir les missions suivantes :

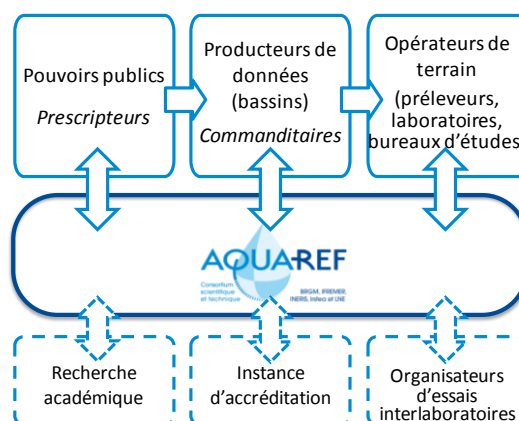
- Élaborer des référentiels relatifs aux processus de mesure, de prélèvement et d'analyse afin de fiabiliser la qualité des données de surveillance en chimie, physico-chimie et hydrobiologie
- Constituer une force de proposition pour l'anticipation de la surveillance
- Représenter la France dans les groupes d'experts techniques européens



AQUAREF a, au niveau français, un rôle de transfert des outils et méthodes pour la surveillance et d'interface entre les acteurs de la surveillance, en particulier pour accompagner la mise en œuvre de la Directive Cadre sur l'Eau (DCE) et la Directive Cadre Stratégie pour le Milieu Marin (DCSMM).

Dans ce cadre, AQUAREF mène des actions scientifiques et techniques pour et avec :

- les pouvoirs publics, prescripteurs de la surveillance et organisateurs de la mise à disposition de connaissance sur l'eau et les milieux aquatiques,
- les producteurs de données, Agences/Offices de l'Eau et DREALs notamment, qui sont aussi la plupart du temps commanditaires de prestations de surveillance,
- les opérateurs de terrain (préleveurs, laboratoires d'analyses, bureaux d'études).



Des collaborations sont également organisées avec les équipes de recherche académique qui développent des méthodes, l'instance nationale d'accréditation et les organisateurs d'essais interlaboratoires.

Les actions réalisées s'inscrivent dans un programme scientifique et technique élaboré en commun par les 5 partenaires du consortium, bénéficiant du soutien du Ministère en charge de l'écologie et de l'Office National de l'Eau et des Milieux Aquatiques (ONEMA). Les résultats du programme AQUAREF pour l'année 2014 sont présentés ci-après. Des liens hypertextes vers les publications correspondantes, disponibles à la date de finalisation de ce rapport, figurent dans le document.

## 2 Amélioration de la qualité de la donnée de bioindication

### 2.1 Acquisition de connaissances : Incertitudes des méthodes d'évaluation

Dans le cadre de la DCE, une estimation de la confiance sur l'évaluation de l'état écologique des masses d'eau est requise. Ainsi, l'un des objectifs d'AQUAREF est d'acquérir les données nécessaires à l'estimation de l'incertitude de l'évaluation de la qualité des masses d'eau en fonction des protocoles utilisés. Plusieurs programmes initiés en 2012 et 2013 ont été poursuivis en 2014 :

- Deux programmes de définition expérimentale des incertitudes et variabilités liées à l'application du protocole d'acquisition des données (allant du relevé sur le terrain à l'obtention de la liste taxonomique servant au calcul des indicateurs) pour les protocoles Macrophytes et Diatomées en cours d'eau ont été réalisés. La deuxième campagne de prélèvements et de relevés a été effectuée en collaboration avec les laboratoires d'hydrobiologie des DREAL, les Agences de l'eau et les bureaux d'études prestataires des mesures hydrobiologiques dans les réseaux de surveillance DCE. Les prélèvements et relevés ont été achevés pour l'étude de la variabilité inter-opérateurs, et ont été poursuivis concernant l'évaluation des variabilités interannuelle et saisonnière. La collecte des données de la campagne 2013 auprès des différents participants a également été achevée. Ces campagnes de mesures ont permis, conformément au programme initial, d'acquérir sur deux années des données comparatives sur 60 sites diatomées et 51 sites macrophytes selon un protocole identique entre les 3 opérateurs. Les données macrophytes recueillies auprès des DREAL en charge de ces volets permettront aussi d'analyser les variabilités intra-saisonnière et interannuelle. Ces résultats seront traités en 2015, dans la 3ème année du programme « incertitudes Diatomées & Macrophytes ».

- Deux programmes d'analyse des incertitudes associées aux paramètres physico-chimiques et aux indices poissons en plans d'eau (lacs naturels et retenues) ont également été poursuivis.

Une évaluation des incertitudes sur l'indice « poisson lac » (IIL : indice multi-métrique prédictif développé sur un jeu de données européen et visant à évaluer l'eutrophisation des lacs naturels) a été effectuée. Les données biologiques utilisées dans le calcul de l'IIL étant issues d'un protocole de pêche standardisé (CEN) et en l'absence de réplicats, l'évaluation s'est focalisée sur les incertitudes statistiques générées lors de la procédure de modélisation afin d'évaluer les incertitudes autour de la note finale attribuée par cet indice. Le travail réalisé en 2014 a permis d'élaborer les bases conceptuelles de la démarche qui consiste à définir une gamme de valeurs de référence observables dans un environnement donné et à évaluer deux composantes de l'incertitude : les incertitudes sur l'estimation des coefficients des modèles et les incertitudes sur la variabilité naturelle des métriques. Les scripts de calcul ont été développés et une première estimation a été faite sur les notes de l'IIL disponibles à ce jour.

Concernant les 6 paramètres physico-chimiques soutenant la biologie (transparence, température de l'eau, bilan d'oxygène, salinité, capacité de neutralisation des acides et concentration en nutriments), des avancées ont été réalisées en 2014 pour l'identification des sources d'incertitudes associées à ces paramètres, aux choix des valeurs-seuils pour les limites de classes actuelles et enfin, à la méthodologie nouvellement utilisée de détection de seuils écologiques de communauté (méthode dite du "Gradient Forest"). Il a d'abord été démontré que la dépendance des limites de classes actuelles à la profondeur moyenne de chaque plan d'eau génère une incertitude significative sur la classification de l'état écologique pour les cas des systèmes marnant. Ensuite, dans les gradients des

paramètres physico-chimiques, la recherche de zones dans lesquelles les taux de variations des abondances des espèces d'un compartiment biologique sont amplifiés, a conduit à l'identification de trois sources d'incertitudes. La première est liée aux variations des réponses entre espèces à un même paramètre, la seconde aux variations de réponses entre compartiments biologiques considérés (ici : Phytoplancton, Macrophytes et Poissons) et la troisième au phénomène d'hystérésis qui implique potentiellement des seuils différents pour des plans d'eau en voie de dégradation ou de restauration de leur état.

- Irstea et Ifremer assurent une participation active aux travaux du Groupe de Travail « Incertitudes » piloté par l'ONEMA. Une réunion d'état des lieux et de perspectives sur l'ensemble des travaux menés par les différentes équipes travaillant sur ces sujets a eu lieu en février 2014. Les équipes d'Irstea et d'Ifremer y ont présenté ces travaux, menés dans le cadre du programme AQUAREF.

## 2.2 Transfert opérationnel des méthodes

### 2.2.1 Référentiel méthodologique

Depuis 2011, Ifremer, dans le cadre des programmes AQUAREF, rédige un guide méthodologique des méthodes de surveillance des éléments de qualité biologique en eaux littorales. En 2014, ce guide a été complété ; il détaille le protocole de suivi stationnel des macroinvertébrés benthiques de substrats meubles subtidiaux et intertidaux sur les façades Manche et Atlantique. Il précise le planning, les périodes et les méthodes de prélèvement des macroinvertébrés benthiques ainsi que les techniques d'analyse des échantillons et le mode de bancarisation des données.

**Publication** (accessible par lien hypertexte) :

- ◆ Garcia A., Desroy N., Le Mao P. et Miossec L. (IFREMER) - Protocole de suivi stationnel des macroinvertébrés benthiques de substrats meubles subtidiaux et intertidaux dans le cadre de la DCE – Façades Manche et Atlantique – Rapport AQUAREF 2014

### 2.2.2 Formation et accompagnement des opérateurs

L'accompagnement des opérateurs est un aspect essentiel du transfert opérationnel des méthodes. Au cours de l'année 2014, plusieurs actions ont été menées :

- Afin d'encadrer la mise en œuvre des protocoles d'acquisition de données par les opérateurs pour favoriser une qualité de données homogène, les actions de formations et d'essais interlaboratoires (EIL) initiées en 2012 ont été poursuivies en 2014. Ces formations ou EIL sont destinés aux opérateurs en charge des mesures hydrobiologiques dans les réseaux de surveillance DCE et concernent donc principalement les laboratoires réalisant l'échantillonnage, le relevé, le traitement et la détermination, les gestionnaires de données et les maîtres d'ouvrage des réseaux de surveillance (bureaux d'études spécialisés en hydrobiologie, DREAL, Agences de l'eau).
- Comme depuis 2005, Irstea a participé à l'organisation et à l'encadrement de la formation « méthode IBMR » et a assuré l'encadrement principal de la formation « perfectionnement à la détermination des algues macroscopiques d'eau douce ». Ces formations, au cours desquelles les ingénieurs et chercheurs d'Irstea assurent une partie des interventions, sont organisées par l'Agrocampus Ouest de Rennes.

- Ifremer a organisé un EIL sur la méthode « invertébrés benthiques en milieu marin ». Cet essai a consisté en un exercice de détermination au genre et à l'espèce des taxons échantillonnés auquel 15 opérateurs DCE sur les eaux côtières Manche Atlantique et Méditerranée ont participé. Une analyse statistique des résultats a été réalisée pour définir la justesse de l'essai d'aptitude. Les résultats seront exploités pour évaluer, en particulier, l'impact des erreurs sur la valeur de l'indice AMBI.

### 2.2.3 Bases de données : format d'échange et expertise

Dans le cadre des tâches décrites dans le Schéma National des Données sur l'Eau (SNDE), Irstea apporte un appui au Sandre pour la mise à jour et la gestion des référentiels TAXONS, la maintenance de référentiels et dictionnaires de données et les actions de mise en place du Système d'Information sur l'Eau (SIE). Ces travaux sont réalisés dans le prolongement de la gestion de référentiels « méthodes », aspect essentiel de la mise à disposition d'outils opérationnels pour la collecte des données de surveillance biologique à partir des réseaux de mesure DCE.

En 2014, Irstea a réalisé la maintenance des référentiels taxonomiques diatomées, macrophytes plans d'eau et cours d'eau et phytoplancton. Irstea a également participé à la maintenance des référentiels « paramètres » et « méthodes » (pilotés par le LNE) ainsi qu'à la mise à jour du dictionnaire de données Sandre « processus d'acquisition des données biologiques » dans le contexte de l'intégration des données Macrophytes en cours d'eau dans la future banque de données nationale Naïades. La coordination du basculement des données vers le Système d'Evaluation de l'État des Eaux (SEEE) a été assurée par Irstea, notamment par la participation aux réunions de coordination pour la mise en place du SEEE et de la banque de données nationale Naïades. Une validation et une mise en conformité des données entre la base Pandore Irstea, le référentiel « appellations de taxons » du Sandre et le SEEE, ont été effectuées. Une mise à jour du tableau de transcodification prenant en compte l'évolution des synonymies et les niveaux de détermination a également été réalisée. Enfin, Irstea a participé activement à la construction et à la validation du cahier des charges « intégration des écrans de saisie macrophytes CE » du groupe projet Naïades.

### 2.2.4 Normalisation

Dans le but de disposer à moyen terme de l'ensemble des documents normatifs pour tous les éléments biologiques et toutes les catégories d'eau concernés par les prescriptions de la DCE, une articulation entre le développement méthodologique des protocoles par les scientifiques et l'élaboration des documents normatifs nationaux correspondants est nécessaire. Dans ce cadre, Irstea et Ifremer ont réalisé différentes actions de normalisation en hydrobiologie en 2014.

Un projet de texte sur l'échantillonnage du phytoplancton en lacs, cours d'eau profond et milieux littoraux a été rédigé et a été soumis en tant que document de travail au un groupe de travail ad hoc de la Commission de normalisation T95F de l'AFNOR (pilotage Irstea), missionné pour élaborer un texte projet (publication de la norme prévue en 2016).

La partie méthodologique du texte de la norme sur la détermination de l'Indice Biologique Diatomique (NF T90-354, 2007) a été révisée (pilotage DREAL Lorraine). Un principe d'appariement des taxons de la liste a également été proposé. La nouvelle version a été soumise à enquête publique en octobre 2014, la publication est prévue début 2016.

Le travail de rédaction du guide d'application sur l'échantillonnage des macrophytes en plans d'eau a été poursuivi, une version complète doit être soumise à la commission de normalisation fin 2015.



Irstea et Ifremer participent activement aux travaux de la commission de normalisation Afnor T95F notamment par le pilotage de l'ensemble des travaux de normalisation des méthodes en écologie aquatique (Irstea préside la Commission). Irstea assure également la représentation française (délégation de la CN T95F) aux meetings du Comité Européen de Normalisation (CEN TC 230-WG 2x).

## 3 Amélioration de la qualité de la donnée de surveillance chimique

### 3.1 Études, développement, validation d'outils et de méthodes

#### 3.1.1 Opérations d'échantillonnage

En 2014, les principaux travaux sur l'échantillonnage ont concerné l'impact du matériel utilisé sur la qualité des données, la stabilité des substances dans les échantillons d'eau notamment dans le contexte DROM, l'étude des pratiques d'échantillonnage de sédiments par l'intermédiaire d'un essai collaboratif et la mise en place d'essais sur site visant à estimer la part d'incertitude attribuée spécifiquement à l'échantillonnage.

▪ AQUAREF mène depuis 2013 des études techniques visant à évaluer en conditions « réelles » l'impact de différents matériels d'échantillonnage ou de l'opérateur lui-même sur les données de surveillance. Par ces études, ce sont principalement les risques de contamination qui sont estimés. Des essais ont été conduits en 2014 :

- En eau souterraine sur des substances comme les phtalates, le bisphénol A, les alkylphénols et les PFC (perfluorocarbone). Dans ces essais différents types de tuyaux utilisés pour l'échantillonnage en eau souterraine ont été testés. Les résultats obtenus ne conduisent pas à privilégier l'utilisation d'un tuyau en particulier. Ils conduisent cependant à s'interroger sur la faisabilité d'une surveillance pour certaines substances aux niveaux de concentration ciblés.

- En eau de surface sur les phtalates et les PFC (perfluorocarbone). L'étude a consisté à réaliser des essais sur plusieurs matériaux en PolyTétraFluoroEthylène entrant dans une opération d'échantillonnage d'eau (tuyau d'aspiration, bouchon, flacon, ...) en prenant en considération les différentes méthodologies d'échantillonnage en fonction du milieu considéré (en cours d'eau, en plan d'eau et en rejets canalisés). Les principaux résultats obtenus montrent l'absence d'impact des matériaux PolyTétraFluoroEthylène sur la mesure des PFC. Les résultats obtenus sur les phtalates rejoignent les constats observés lors des essais réalisés par le BRGM en 2012 pour deux phtalates (diéthylphtalate (DEP) et diisobutylphtalate (DiBP)). Ces essais se poursuivent en 2015 sur les substances comme les parabènes et les alkylphénols.

▪ Dans le milieu mais aussi après échantillonnage, certaines substances sont instables et ont tendance à se dégrader. Afin d'assurer la fiabilité des données, il est important de connaître les caractéristiques de stabilité des substances et de mettre en rapport les exigences de délais de transport jusqu'au laboratoire. Dans le contexte de la surveillance mise en place dans les DROM, cette contrainte analytique est particulièrement critique car une part importante des analyses est réalisée en métropole et les délais de transport peuvent être longs. Afin de trouver une cohérence dans les recommandations nationales sur le sujet, AQUAREF a entamé une étude (2014-2015) visant à établir une synthèse des données disponibles (normes, références scientifiques, essais interlaboratoires, ...) sur les délais de mise en analyse recommandés pour les substances à surveiller au plan national. L'étude qui se terminera en 2015 tentera d'identifier des groupes de substances en

fonction du délai de mise en analyse et des possibilités d'ajout de conservateurs. Les substances pour lesquelles les données disponibles sont insuffisantes pour conclure seront également identifiées et pourront donner lieu par la suite à des recherches bibliographiques plus poussées et à des études expérimentales.

- En parallèle de cette étude sur les substances, AQUAREF a entamé la préparation d'un guide sur la méthode expérimentale de réalisation des études de stabilité. Il s'avère en effet que les pratiques en la matière dans les laboratoires sont très diverses, les critères d'interprétation également. Tout ceci conduit à un manque de comparabilité des données de stabilité disponibles. La préparation du guide qui pourrait déboucher sur un document normatif devrait être finalisée fin 2016. L'année 2014 a été consacrée au recensement des méthodes expérimentales et des traitements statistiques.
- Depuis sa création AQUAREF a organisé des exercices originaux au niveau national et européen concernant l'échantillonnage. Il s'agit d'essais collaboratifs regroupant sur un même site plusieurs équipes de préleveurs, dans l'objectif d'étudier qualitativement leurs pratiques et d'estimer quantitativement l'impact de ces pratiques sur les données. Des essais ont ainsi eu lieu pour les cours d'eau, eaux souterraines, plans d'eau, eaux résiduaires. En août 2014, AQUAREF a organisé un essai concernant l'échantillonnage des sédiments. Il a regroupé sur une semaine, une dizaine d'équipes qui devaient réaliser des échantillonnages pour analyse de métaux, PCB, PBDE, DDT, HAP, organoétains, alkylphénols et phtalates. Les résultats ont été présentés en juin 2015 lors d'une journée de restitution ouverte aux gestionnaires et aux préleveurs. Ils serviront notamment à améliorer les guides techniques AQUAREF.
- Les incertitudes associées aux opérations d'échantillonnage ne sont pas ou peu connues. Plusieurs méthodologies permettent de les estimer mais les protocoles restent complexes à mettre en œuvre. Quelques études AQUAREF ont commencé à aborder ces incertitudes. Depuis 2013, en collaboration avec l'Agence de l'Eau Artois Picardie, AQUAREF a construit un plan d'essai à large échelle, impliquant fortement les opérateurs d'échantillonnage des réseaux de l'agence. Ce plan d'essais réalisé sur plusieurs années et sur un nombre important de stations a pour objectif d'estimer les incertitudes liées à l'échantillonnage grâce à l'exploitation de contrôles qualité spécifiques (blancs, doubles). Ces essais se poursuivent en 2015 et seront valorisés et présentés en 2016.

**Publication** (accessible par lien hypertexte) :

- ◆ Moreau P. et Ghestem JP. (BRGM) - Impact de la nature du matériel d'échantillonnage sur les données de surveillance des phtalates, des alkylperfluorés et des alkylphénols en eau souterraine – Rapport AQUAREF 2014

### 3.1.2 Opérations d'analyse physico-chimique

En 2014, les principaux travaux sur les opérations d'analyse physico-chimique ont principalement concerné des études et développements de protocoles relatifs à des techniques innovantes d'extraction et à l'analyse de substances retenues comme pertinentes à surveiller à l'issue de l'étude prospective de recherche de contaminants émergents de 2012.

**Techniques d'extraction :**

- La méthode QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) a été adaptée et évaluée pour l'analyse multirésidus des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), polybromodiphényléthers (PBDE), polychlorobiphényles (PCB), pesticides et phtalates dans les sédiments par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse en tandem

(GC/MS/MS). La méthode a été développée selon trois axes. En premier lieu, une optimisation de l'étape d'extraction a été réalisée par l'essai de différents solvants, mélanges de solvants ou méthode. Le second axe consistait en l'optimisation de l'étape de purification. Différents adsorbants ont été testés en mode SPE ou dSPE. Enfin, le dernier axe a évalué la vérification des deux précédentes optimisations sur des matériaux de référence certifiés (MRC). Il ressort de cette étude que les meilleurs résultats ont été obtenus par une extraction à l'acétonitrile suivie d'une purification par de l'alumine basique sur phase dispersée. Les résultats sur MRC indiquent que dans ces conditions, cette technique pourrait être employée en tant que méthode semi quantitative, voire quantitative avec le nombre d'étalons internes adéquat.

- Appliquée à l'analyse des HAP avec un nombre de cycles aromatiques supérieur à 3 dans les sédiments, l'approche QuEChERS indique des performances analytiques comparables à celles des techniques normalisées ou conventionnelles, ce qui permet de conclure qu'elle apparaît comme une bonne alternative.

Avec la définition, dans la Directive 2013/39/UE, de normes de qualité environnementales pour les HAP dans le biote, cette matrice est à considérer également pour la surveillance de la contamination en HAP des masses d'eau. L'applicabilité de l'approche QuEChERS sur la matrice biote sera évaluée en 2015.

#### **Méthodes d'analyse :**

- A la suite de l'étude prospective où ils avaient été retrouvés dans 100% des cours d'eaux étudiés, une méthode d'analyse des **parabènes** a été validée selon la norme NF T 90-210 pour les eaux de surface filtrées (fiche méthode MA-57). La méthode utilisée repose sur l'extraction sur phase solide en ligne afin de minimiser la préparation d'échantillon et de réduire les risques de contamination. L'analyse est ensuite effectuée par chromatographie sur phase liquide couplée à de la spectrométrie de masse en tandem. Des limites de quantifications de 5 ng/l ont été ainsi obtenues.

- Une méthode par micro-extraction sur phase solide couplée à la chromatographie en phase gazeuse a été évaluée pour la mesure des **phtalates** pour une validation par NF T 90-210 dans les eaux de surface. Si la méthode semble fonctionner pour certains phtalates pour lesquels, en eau de source, des seuils de 10 ng/l environ avec des rendements d'extraction entre 75% et 120% sont obtenus, l'analyse des DEP, DiBP, DBP et DEHP demeure extrêmement problématique. En effet, l'ubiquité de ces substances, notamment dans les atmosphères de laboratoires, a entraîné des contaminations sévères des échantillons malgré les précautions de conditionnement prises au niveau du matériel utilisé. Ce travail a démontré que l'analyse des phtalates ubiquistes ne peut être mise en œuvre que par des laboratoires très spécialisés dans leur recherche et qui pratiquent leur analyse quotidiennement, avec un équipement et des locaux dédiés.

- Afin de remédier à des erreurs métrologiques souvent présentes et rarement perçues, un état des lieux a été établi sur l'analyse des **alkylphénols** et plus particulièrement des 4-nonylphénols. Malgré de notables améliorations, certains textes ou normes présentent encore des erreurs ou imprécisions quant à la définition des substances à rechercher notamment le numéro CAS. Il a été également constaté que les mélanges disponibles commercialement présentaient une pureté de seulement 85 à 95% en 4-nonylphénol. Bien que le protocole de la norme ISO 18857-1 avec l'ion m/z 107 entraîne encore une inexactitude, il semble représenter le meilleur compromis pour la mesure dans l'environnement des mélanges en 4-nonylphénol possédant des compositions isomériques très variées.

**Publications** (accessibles par liens hypertextes) :

*Rapports :*

- ◆ Riem N. et Beaumont J. (INERIS) - Evaluation de la méthodologie QuEChERS pour des analyses multirésidus nouveau – Rapport AQUAREF 2014
- ◆ Chatellier C. et Lestremau F. (INERIS) - Considérations sur certains aspects métrologiques liés à la mesure du 4-Nonylphénol nouveau - Rapport AQUAREF 2014

*Fiches méthodes :*

- ◆ Chatellier C. et Lestremau F. (INERIS) - Parabènes - Méthode d'analyse dans l'eau (fraction aqueuse) - Fiche méthode AQUAREF 2014 (MA57)
- ◆ Lardy-Fontan S. et Lalère B. (LNE) - Familles des composés pharmaceutiques : psychotropes et anti inflammatoires non stéroïdien - Méthode d'analyse dans l'eau -phase dissoute (<0,7µm)- par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem – Fiche méthode AQUAREF 2014 (MA56)
- ◆ Bristeau S. (BRGM) - Triazoles et autres composés (benzotriazole, tolyltriazole, triclocarban, triclosan, bisphénol A, méthylparabène, éthylparabène et propylparabène) Méthode d'analyse dans l'eau souterraine - Fiche méthode AQUAREF 2014 (MA61)
- ◆ Lalère B. et Le Diouron V. (LNE) - Phénylurée dans les eaux - Fiche méthode AQUAREF 2014 (MA17)
- ◆ Lalère B. et Le Diouron V. (LNE) - Triazines dans les eaux - Fiche méthode AQUAREF 2014 (MA18)
- ◆ Chatellier C. et Lestremau F. (INERIS) - HBCDD dans le biote- Fiche méthode AQUAREF 2014 (MA50)
- ◆ Beaumont J., Lestremau F. (INERIS) - Pesticides : Dichlorvos, Terbutryne, Cybutryne dans les eaux - Fiche méthode AQUAREF 2014 (MA51)
- ◆ Coureau C., Amalric L. (BRGM) - Deséthyl-desisopropyl-atrazine (DEDIA) - Fiche méthode AQUAREF 2014 (MA60)

### 3.1.3 Traçabilité métrologique

#### **Outils pour tracer la qualité**

En 2014, le déploiement du schéma de traçabilité proposé par le LNE en 2012 s'est poursuivi au travers d'actions :

##### **« Amont »**

- L'inventaire des matériaux de référence certifiés (MRC) disponibles pour les substances de la DCE a été mis à jour. En effet, la disponibilité de MRC reste une préoccupation majeure pour les laboratoires prestataires et il est important qu'une telle information soit mise à jour régulièrement afin d'intégrer les nouveaux MRC commercialement disponibles. Afin de le rendre plus opérationnelle pour les laboratoires, cet inventaire intègre désormais les niveaux de concentrations des substances.
- Les organoétains sont des paramètres critiques de la surveillance dont la difficulté de maîtrise analytique est unanimement reconnue. Le travail conduit par le LNE, en parallèle de la CIL INERIS, avait mis en évidence des problèmes de concentrations des solutions étalons commerciales,

notamment pour les tri-butylétain (TBT) et tétra-butylétain (TTBT) présents dans un mélange commercial. En 2014, le LNE a conduit une étude plus exhaustive afin de comprendre les phénomènes qui sous-tendaient cette problématique et de dresser un bilan objectif. Une solution de référence multi-espèces, contenant la famille des butylétains à 500 µg/kg (en étain) a été préparée par gravimétrie. Les quatre espèces de butylétains sont stables sur 49 jours et les valeurs mesurées par dilution isotopique (DI) et par étalonnage externe dans la solution de référence sont proches des valeurs gravimétriques. Au cours de cette étude, le LNE a aussi mis en évidence l'influence du solvant utilisé pour la préparation des solutions mères. Une comparaison inter laboratoires a été réalisée entre trois laboratoires expérimentés (LNE, INERIS et l'Université Oviedo en Espagne) sur deux solutions multi-étalons commerciales et sur la solution de référence LNE. Les résultats montrent que les étalons disponibles en commerce ne sont pas satisfaisants et que les laboratoires ne retrouvent pas systématiquement les valeurs certifiées. Notamment, les participants dosent tous des concentrations de MBT drastiquement inférieures aux certificats dans les 2 solutions commerciales (biais de -30% à -80%). Des résultats justes et comparables ont été obtenus par les trois laboratoires pour le dosage de la solution de référence LNE, à une exception près : le laboratoire qui n'applique pas la méthode DI, présente un biais négatif supérieur à 30% dans le dosage du DBT. Cette démonstration souligne l'utilité de disposer d'étalons de bonne qualité afin d'avoir confiance dans les résultats de mesure : disposer de mauvais étalons entraîne des biais qui peuvent être importants.

#### « Aval »

- L'analyse des résultats de la collaboration, démarrée en 2013, avec des OCILs français (BIPEA et INERIS) sur les pesticides s'est poursuivie. Au total, 30 laboratoires (11 laboratoires de la CIL BIPEA et 19 laboratoires de la CIL INERIS) ont participé à cet exercice parmi lesquels 29 laboratoires accrédités dont 83% agréés par le MEDDE. Les principales conclusions sont que les laboratoires présentent en général une bonne aptitude et fournissent des résultats homogènes entre eux quant à la détermination de la concentration de la solution de référence avec néanmoins des faiblesses sur l'estimation des incertitudes de mesure. Le questionnaire envoyé a montré une grande diversité des pratiques des laboratoires en termes de méthodologies portant sur l'étalonnage et la stratégie de quantification, notamment sur le choix et le nombre des étalons internes. Ces observations doivent être mises en perspectives avec les travaux normatifs de la T91M sur le projet de norme « Qualité de l'eau - Caractérisation d'une méthode - Critères pour l'évaluation d'une méthode d'analyse pour la détermination de composés organiques multi-classes par spectrométrie de masse ». Enfin, cet exercice conforte l'intérêt de recourir à des valeurs assignées et à des critères d'évaluation indépendants des résultats des participants pour évaluer les biais systématiques. Il confirme l'importance des solutions de référence comme outil de démonstration de l'évaluation de l'aptitude des participants. Enfin, il permet de démontrer l'intérêt des MRC comme outil de la qualité de la donnée et la nécessité de poursuivre les échanges avec les OCIL.
- Plusieurs réunions ont été organisées avec les OCILs AGLAE, BIPEA et INERIS afin de dessiner le périmètre de futures collaborations. Sur la base de leur retour d'expérience et des capacités techniques du LNE, deux thématiques fortes ont été mises en avant : i) L'analyse d'organostaniques à l'état ultra-traces dans les eaux (cf plus haut) et, ii) L'analyse de HAP dans les sédiments.

Les études de faisabilité conduites en 2014 permettront, en 2015 d'assigner les valeurs de références à 4 circuits d'essai d'aptitude de BIPEA et d'AGLAE.

## Collaboration avec les organisateurs de comparaisons interlaboratoires (OCILs)

L'année 2014 a permis de réunir les OCILs français (AGLAE, BIPEA), pour la première fois en présence de l'ONEMA. Les sujets en suspens varient peu : transfert d'activité, articulation avec l'agrément et adaptation continue aux évolutions réglementaires.

Parmi ces actions, les actions de transfert sont toujours en cours concernant les essais sur eau marines, avec un transfert effectif espéré en 2016 ; le transfert de CILs touchant à l'hydrobiologie semble prématuré ; le transfert des CILs sur substances réglementées récemment ou à des niveaux de concentration très bas, actuellement réalisées par AQUAREF, ne soulève pas de demande, car leur viabilité économique est liée à la définition d'exigences réglementaires qui n'ont pas encore été officialisées (arrêtés surveillance, agrément).

Un encadrement plus strict et une éventuelle automatisation du versement des résultats individuels des CILs dans LABEAU se heurte toujours à des difficultés provenant de la nature commerciale de la production de ces données, qui restent propriété des laboratoires qui achètent la prestation de CIL. Le versement des résultats unitaires de chaque CIL reste donc à la discrétion de leurs « propriétaires », sans que les OCILs puissent collaborer avec AQUAREF ou l'ONEMA pour dessiner un panorama de performances consolidées sur une famille de polluants ou une typologie de protocoles.

L'aspect économique, qui avait conduit à la dissolution du consortium européen PT-WFD, prévaut également dans le traitement des pistes de réflexion sur une couverture par répartition des CILs touchant peu des participants, ainsi que sur l'ouverture à l'international.

**Publication** (accessible par lien hypertexte) :

- ◆ Cabillic J. et Labarraque G. (LNE) - Inventaire des MRC disponibles pour les substances prioritaires de la DCE – Liste AQUAREF 2014

## 3.2 Transfert opérationnel des outils et méthodes

### 3.2.1 Référentiel méthodes et guides techniques

En 2011, AQUAREF a produit une première version de guides techniques relatifs à l'« échantillonnage », à destination des agences et offices de l'eau. Ces guides avaient pour objectif de définir des recommandations techniques harmonisées pour les opérations d'échantillonnages dans le cadre des programmes de surveillance DCE. Ces guides sont révisés, complétés à une fréquence annuelle, afin d'intégrer les évolutions réglementaires ainsi que les résultats des travaux AQUAREF.

En 2014, dans le cadre de la mise en œuvre du SNDE, le rôle d'AQUAREF a été repositionné en tant que référent technique émettant des recommandations techniques sur lesquelles s'appuie l'ONEMA pour l'approbation des méthodologies communes pour la surveillance, et le MEDDE pour la prescription. Le travail d'AQUAREF a consisté à différencier dans ses guides techniques « échantillonnage » et « analyse » deux niveaux de recommandations techniques suivant leur importance, afin de faciliter l'élaboration ultérieure d'un guide national pour la surveillance approuvé par l'ONEMA et rendu d'application obligatoire par l'arrêté « Surveillance ».

L'année 2014 a, en outre, permis d'intégrer l'analyse des sédiments dans le guide technique révisé dédié à l'analyse des supports pour la surveillance des milieux.

## 3.2.2 Formation et accompagnement des opérateurs

### 3.2.2.1 Opérations d'échantillonnage et mesures *in situ*

L'amélioration des pratiques d'échantillonnage passe entre autres par l'organisation de formations spécifiques. Au cours des dernières années, AQUAREF a préparé et aussi dispensé des modules de formation sur l'échantillonnage dans différents milieux (eaux de surface, eaux souterraines, eaux résiduaires, plans d'eau). En parallèle, au niveau national, un groupe de travail constitué de représentants des Agences de l'eau, de l'ONEMA, de l'OIEau et d'AQUAREF a été créé afin d'élaborer un référentiel de formation national d'échantillonnage couvrant toutes les opérations d'échantillonnage d'eau dans le cadre du programme de surveillance des masses d'eau en France.

- En 2014, les référentiels de formation ont été validés par le groupe de travail. Trois formations ont été conçues sur les bases de ce référentiel : tronc commun, pré-requis indispensable avant de suivre une formation spécifique à un type d'eau, échantillonnage d'eau en cours d'eau et échantillonnage d'eau souterraine. Le premier couplage (tronc commun + échantillonnage d'eau en cours d'eau) est délivré par l'OIEau et exceptionnellement par INERIS dans les Départements et Régions d'Outre-Mer (DROM), tandis que le deuxième (tronc commun + échantillonnage d'eau souterraine) est délivré par le BRGM.
- En 2014, plusieurs sessions de formations sur les opérations d'échantillonnage d'eau en cours d'eau ont été organisées par l'OIEau et l'INERIS :
  - L'OIEau a organisé deux sessions spécifiques commandées et financées par l'agence de l'eau Adour Garonne afin de poursuivre leur démarche d'amélioration et d'harmonisation des pratiques d'échantillonnage sur leur bassin et une session accessible aux organismes d'échantillonnage ou autres acteurs souhaitant se former aux opérations d'échantillonnage d'eau en cours d'eau. Au total une soixantaine de personnes a été formée.
  - L'INERIS a organisé une session dans chaque DROM (Martinique, Guyane, Guadeloupe) à la demande des Offices de l'Eau et des DEAL. Ces sessions étaient à destination des agents des ODE, des prestataires travaillant dans le cadre du réseau de surveillance et d'agents d'organismes publics ou privés pouvant être amenés à travailler dans le cadre du programme de surveillance. Au total une quarantaine de personnes a été formée. Ces formations ont mis en évidence des manques notables des opérateurs sur la maîtrise des appareils de mesures *in situ* et sur les paramètres physico-chimiques tels que pH, conductivité, oxygène dissous. Moins d'un an après les formations, la qualité technique des offres dans le cadre des marchés de surveillance s'est significativement améliorée.

**Publications** (accessibles par liens hypertextes) :

- ◆ Ferret C. et Lepot B. (INERIS) - Comparaison inter-laboratoires sur les paramètres non conservatifs Guyane – Note de synthèse AQUAREF 2014
- ◆ Botta F., Ferret C. et Lepot B. (INERIS) - Essai collaboratif sur les mesures *in situ* Guyane – Note de synthèse AQUAREF 2014
- ◆ Botta F., Ferret C. et Lepot B. (INERIS) - Essai collaboratif sur les mesures *in situ* Martinique – Note de synthèse AQUAREF 2014
- ◆ Botta F., Ferret C. et Lepot B. (INERIS) - Essai collaboratif sur les mesures *in situ* Guadeloupe – Note de synthèse AQUAREF 2014

- ◆ Ghestem JP. et Lepot B (BRGM et INERIS) - Visites sur site destinées à évaluer l'application des guides techniques AQUAREF sur l'échantillonnage – Note de synthèse AQUAREF 2014

### 3.2.2.2 Opérations d'analyse physico-chimique

- La diffusion des avancées en analyses physico-chimiques obtenues grâce aux travaux d'AQUAREF se poursuit au travers de journées techniques à destination des utilisateurs potentiels des méthodes. 2014 a permis d'expérimenter un nouveau format, consistant à traiter 4 thèmes sur deux journées consécutives, afin de toucher un auditoire plus large et rationaliser le déplacement des participants. Le programme technique a comporté des sujets déjà traités dans les années antérieures, mais en évolution permanente (alkylphénols, PBDE, OTC, phtalates). 13 participants ont participé aux échanges, qui étaient ouverts pour la première fois aux laboratoires étrangers et aux donneurs d'ordres. Deux laboratoires étrangers étaient représentés, en revanche aucun donneur d'ordre n'a rejoint le groupe.
- Par ailleurs, à la suite de la publication de la norme ISO 11352 en 2012 et son adoption en France en 2013, les laboratoires doivent modifier la manière dont ils évaluent leurs incertitudes de mesure. Afin de faciliter et d'encadrer cette prise en charge, il est important de les accompagner notamment en mettant à leur disposition des outils « friendly to use » validés. Ainsi, une journée technique « L'essentiel de la norme NF ISO 11352 : simplifier sa mise en œuvre avec l'outil MUKIT » a été organisée au LNE le 28 novembre 2015. 39 participants ont assisté à cette journée avec un retour positif. Cette journée technique a été reprogrammée en 2015, avec l'intégration de travaux pratiques sur ordinateur afin de répondre à la demande des laboratoires concernant l'utilisation du logiciel MUKIT et de la norme ISO 11352 en général.
- Enfin, un protocole a été proposé pour la vérification d'une limite de quantification d'une méthode d'analyse chimique d'un sédiment naturel, en mettant en œuvre les principes statistiques des normes NF T90-210 et NF EN ISO 11352.

#### **Publications** (accessibles par liens hypertextes) :

- ◆ Cabillic J. et Labarraque G. (LNE) - Journée technique "L'essentiel de la norme NF ISO 11352 : Simplifier sa mise en œuvre avec l'outil "MUKIT" – Rapport AQUAREF 2014
- ◆ Moreau P., Ghestem JP., Lionard E. et Margoum C. (BRGM et IRSTEA) - Limite de quantification d'une méthode d'analyse chimique d'un sédiment : Propositions pour l'application de la norme NF T90-210 - Rapport AQUAREF 2014

### 3.2.3 Bases de données : format d'échange et expertise

AQUAREF est identifié dans le SNDE (via la contribution de plusieurs de ses membres) comme contributeur pour la gestion des paramètres SANDRE servant aux échanges nationaux de données sur l'eau. Dans ce cadre, AQUAREF apporte un appui continu à la demande de la cellule SANDRE en charge de la création et de la mise à jour des jeux de paramètres. AQUAREF réalise par ailleurs des travaux sur la structuration des jeux de paramètres notamment en termes de familles chimiques mais aussi en termes d'usage (création d'une classe pesticides et métabolites). En 2014, les travaux ont principalement concerné le classement en familles chimiques de nouveaux paramètres créés ces 3 dernières années ainsi qu'à la révision des paramètres SANDRE classés en « paramètres physiques ». Au total, plus de 1500 paramètres ont été étudiés dans ces travaux.



AQUAREF s'intéresse également aux données bancarisées. A travers l'expertise de jeux de données disponibles dans les bases nationales, l'objectif est de mieux connaître la qualité de ces données. En 2013, une étude sur des données de l'agence de l'eau Seine Normandie avait montré que des écarts significatifs semblaient exister sur 1/4 à 1/3 des données étudiées. En 2014, une étude dans la base ADES a consisté à comparer des données d'eau souterraine acquises sur les mêmes stations par les réseaux « Santé » et « Environnement ». Cette étude a permis de détecter quelques difficultés liées à la bancarisation des données. Elle s'est heurtée à la difficulté de conclure de façon catégorique quand les échantillonnages ne sont pas réalisés strictement à la même date. Cependant elle permet qualitativement d'estimer qu'au moins 80% des données étudiées peuvent être considérées comme équivalentes d'un point de vue statistique.

**Publication** (accessible par lien hypertexte) :

- ◆ Bristeau S. et Ghestem JP. (BRGM) - Surveillance de la qualité des eaux souterraines : comparaison de données des réseaux santé et environnement – Rapport AQUAREF 2014

### 3.2.4 Normalisation

En raison de la périodicité ISO (18 mois), un seul temps fort international est à souligner pour 2014 : la réunion annuelle du CEN/TC230, à laquelle AQUAREF a assisté à Vilnius (LI) en tant que membre de la délégation française auprès du WG1 « méthodes d'analyses physico-chimiques et auprès du CEN TC230. La coopération avec l'ISO reste assurée étroitement par le DIN (DE) afin d'éviter la duplication de travaux.

Au niveau français, la commission AFNOR T90A « Qualité de l'eau » coordonne les activités de 9 commissions, et le cas échéant leurs groupes de travail, qui gèrent les travaux sur les différentes thématiques : physique, chimie, échantillonnage des eaux et matériels de mesure en continu et de prélèvement. 2014 a vu le démarrage effectif des travaux de la commission T91G "eaux marines", confiée à l'Ifremer (Michel Marchand) en 2013. 2014 a également permis de définir un successeur à Sylvie Rauzy pour l'animation de la commission T91B « paramètres de bases », qui sera maintenant présidée par Jean-Philippe Ghestem (BRGM), dans le cadre du programme AQUAREF.

Des travaux de maintenance des collections « caractérisation des boues » se terminent, alors que l'activité européenne (CEN/TC308 et CEN/TC400) tend à se tarir au profit du démarrage d'une activité similaire à l'ISO (ISO/TC275).

## 4 Anticipation de la surveillance chimique

### 4.1 Études, développement, validation d'outils

#### 4.1.1 Échantillonneurs intégratifs

Les échantillonneurs passifs permettent de concentrer les contaminants et offrent de grands avantages par rapport aux prélèvements classiques d'échantillons d'eau. Ces techniques permettent d'obtenir des mesures intégrées sur la durée d'exposition, ainsi qu'une diminution des limites de détection et de quantification. Les travaux initiés en 2014 ont conduit à la diffusion de plusieurs

fiches méthodes détaillées ainsi que des guides et des notes de position en vue de l'applicabilité dans le cadre de la DCE à termes.

En termes de développements et mise au point d'outils on peut citer par exemple :

- Développement « Passive SBSE » et TS : Sélection et étude d'un élastomère de silicone pour l'échantillonnage passif de pesticides dans les eaux. L'objectif principal de remplacement de la SBSE par un élastomère de silicone commercial moins onéreux a été atteint par le biais d'une comparaison des différentes phases de silicones disponibles actuellement. La prochaine étape du développement de l'outil TS en tant qu'échantillonneur passif est la détermination de données de calibration en laboratoire (taux d'échantillonnage, Rs).
- Application de la DGT pour la quantification de As, Sb, Se et V dissous labiles dans les eaux de surface : des test en laboratoire et *in situ* ont été réalisés pour définir le mode opératoire précis et le domaine d'application de cet outil.
- Développement de la DGT pour la quantification de Hg et MeHg\_dissous labiles dans les eaux de surface : Suite à un état de l'art sur les travaux récents relatifs au développement de la technique d'échantillonnage passifs DGT pour la mesure du mercure et du méthylmercure dans les eaux de surface, les travaux 2014 ont porté sur la configuration DGT la mieux adaptée à cette mesure (DGT « home-made » à partir d'une résine 3-mercaptopropyl). Des recommandations techniques ont été émises sur les étapes de préparation de l'outil DGT (lavage du matériel, fabrication des gels) afin d'éviter toute contamination qui pourrait engendrer un biais lors de cette mesure. La comparaison des performances de cette DGT « home-made » et des DGT « commerciales » ont permis de préciser le domaine d'application des outils en terme de limite de quantification pour la mesure du Hg in-situ. Les perspectives de ce travail en 2015 concernent d'une part, le piégeage et le dosage du méthylmercure et d'autre part, la réalisation d'un essai d'intercomparaison sur site (DGT - métaux cationiques, As et Hg).
- Au niveau de la production et mise à disposition de connaissances, des notes synthèses et un rapport d'étude ont été produits sur les capacités d'intégration de pics dans le temps par des outils tels que le « Polar Organic Chemical Integrative Sampler » (POCIS), les besoins et capacités des dispositifs actuels concernant l'échantillonnage passif des substances organiques ionisables ou encore l'évaluation en laboratoire de la robustesse (effets de la température, agitation du milieu, voire matière organique dissoute) pour ce qui est de passive SBSE et du POCIS.

**Publication** (accessible par lien hypertexte) :

- ◆ Berho C. et Togola A. (BRGM) - Intégration des pics de pollution par les échantillonneurs passifs : synthèse bibliographique – Rapport AQUAREF 2014

#### 4.1.2 Capteurs et mesures en ligne

Le besoin de disposer de méthodes alternatives validées pour la mesure des paramètres physico-chimiques *in situ* ou sur site est incontournable. Ainsi, disposer de protocoles d'évaluation des performances et de validation de ces méthodes est une étape indispensable pour répondre à cette exigence de la directive QA/QC et promouvoir l'utilisation de ces méthodes alternatives.

Des travaux sont menés par AQUAREF dans différents contextes : surveillance des cours d'eau, des rejets et des eaux marines.

- Une action AQUAREF a été démarrée en 2013, consacrée à l'évaluation des performances des méthodes alternatives de mesures *in situ* de suivi en continu de la qualité de l'eau. Elle a consisté en 2013 à élaborer un cahier des charges et en 2014 à finaliser le choix du site et la sélection des dispositifs de mesure en continu en vue de l'évaluation des performances en conditions contrôlées et conditions réelles des dispositifs de mesure en continu pour le suivi des nutriments et de la matière organique en cours d'eau.

Une trentaine de dispositifs de mesure en continu environ a été proposée en prêt par les fabricants pour la mesure de l'ammonium, des nitrates, des phosphates et du carbone organique. Les essais de performances en conditions contrôlées se dérouleront en 2015 au LNE et à l'INERIS, et ceux en condition réelles sont planifiés à l'automne 2015 sur la station eaux pluviales de l'INERIS, située au niveau de la rivière Oise.

- Un rapport bibliographique a été réalisé sur les applications des sondes spectrophotométriques pour la mesure en continu de paramètres physico-chimiques (matières en suspension, nitrate, matière organique) dans les eaux de rejet. Malgré leur relative complexité d'exploitation demandant une grande rigueur, notamment pour l'établissement d'étalonnage spécifique au milieu, l'utilité de ces sondes comme méthode alternative pour les programmes de surveillance a été démontré dans de nombreux domaines (assainissement, stations de traitement des eaux usées, rejets industriels, et même en milieu naturel).

- Avec l'arrivée il y a une quinzaine d'année, des stations de surveillance continue des paramètres physico-chimique des eaux marines, et l'engouement scientifique pour ces appareillages de mesure haute-fréquence, le milieu océanographique a connu une augmentation importante du nombre d'appareillage utilisés, dans un contexte où la garantie de la qualité des mesures océanographiques se fait de plus en plus pressante.

Cette augmentation des parcs instrumentaux s'est couplée avec une évolution technologique des capteurs, amenant une diversité accrue des technologies employées et par la même une nécessité de comparabilité des résultats obtenus. Enfin, l'acquisition de données haute-fréquence a également nécessité la mise en place de bancarisation des données au sein de base de données et d'engagement sur la qualité métrologique de ces données.

Les travaux réalisés dans le cadre d'AQUAREF ont pour but de faire avancer les connaissances dans le domaine de la métrologie des paramètres physico-chimiques de l'eau de mer et de faire profiter aux différents acteurs de ce type de mesure, des moyens d'essais et des connaissances acquises au sein d'Ifremer, pour faire évoluer les pratiques.

L'objet de cette action est donc d'établir des protocoles de caractérisation des paramètres d'influence des capteurs utilisés en milieu marin côtier (et hauturier pour certains d'entre eux), en se concentrant sur les paramètres conductivité/salinité et oxygène dissous.

Les expérimentations sont bâties en réunissant l'expérience terrain et laboratoire déjà acquise par l'Ifremer et le LNE sur différents capteurs, ainsi que les recommandations en cours de rédaction pour l'élaboration de la norme prEN 16479-2 du groupe CEN/TC 230 WG4.

En 2014 un mois d'essais a été notamment réalisé sur 6 optodes d'oxygène dissous, ainsi que deux mois d'essais sur 3 capteurs de conductivité-température.

### 4.1.3 Prélèvement et mesure *in situ* en milieu côtier

Depuis la mise en place des programmes de surveillance de la DCE en 2007, le nombre de prélèvements d'eau a largement augmenté en milieu côtier et estuarien, du fait du déplacement vers le large de certains points de surveillance initialement situés sur l'estran. Les contraintes techniques et organisationnelles devenant très importantes sur certaines zones du littoral, il en résulte un fort besoin de disposer d'un système automatisé simple et robuste pour effectuer rapidement des prélèvements d'eau en sub-surface jusqu'à environ 500 m de la côte.

Le développement d'un drone nautique a été programmé sur la période 2013-2015. Ce drone est conçu pour répondre aux besoins basiques des prélèvements d'eau effectués dans le cadre de la DCE, c'est-à-dire :

- aller de la côte au point de prélèvement situé au maximum à 500 m au large (coordonnées connues),
- effectuer des mesures *in situ* (température, salinité, turbidité) en sub-surface,
- collecter des échantillons d'eau pour une analyse ultérieure au laboratoire (lecture de flore phytoplanctonique, analyse de la chlorophylle, des nutriments, de la matière en suspension, de la matière organique particulaire).

Ce système radio piloté n'a pas pour vocation de supprimer tous les prélèvements «bateau» mais d'être un support complémentaire permettant d'alléger le coût et la durée de certains prélèvements (ex : points de prélèvements trop éloignés des cales de mise à l'eau, long remorquage sur route,...) ou d'effectuer des prélèvements supplémentaires (ex : périodes d'alerte de bloom phytoplanctonique) pour lesquels aucun moyen nautique n'est disponible.

Cet engin, dont les premiers essais ont été effectués en 2014, doit contribuer à l'amélioration des pratiques des opérations de prélèvement et de mesure *in situ* en fiabilisant la qualité des mesures de façon à favoriser la comparabilité des données de la surveillance des milieux aquatiques. La bonne pratique de l'échantillonnage conditionne en effet en très grande partie la fiabilité des données de mesure et donc l'interprétation que l'on pourra en faire.

### 4.1.4 Outils biologiques

Les bioessais *in vitro* basés sur le mode d'action de polluants (e.g. activation de récepteurs hormonaux) sont aujourd'hui reconnus comme une alternative pertinente aux analyses chimiques pour détecter la présence dans l'environnement aquatique de perturbateurs endocriniens tels que les composés hormono-mimétiques et les quantifier (e.g. estrogènes-équivalents ou EEQ). Si plusieurs méthodes ont été développées et ont été appliquées avec succès à la mesure d'EEQ dans différentes matrices aqueuses à travers l'Europe, il existe encore un besoin d'harmonisation et de standardisation des méthodologies existantes avant de proposer leur utilisation dans un cadre de surveillance des milieux aquatiques. Dans ce contexte, l'INERIS, dans le cadre du programme AQUAREF, contribue à un exercice de comparaison inter-laboratoires à l'échelle européenne de différents bioessais *in vitro* pour l'évaluation du potentiel œstrogénique d'eaux de surface et d'eaux résiduaires. Cette action internationale (18 partenaires, 10 pays européens, coordination Centre Ecotox helvétique) est une initiative de type SPI (Science-Policy Interface) qui vise à promouvoir l'opérationnalité et le transfert de produits de la recherche vers le réglementaire.

Un effort particulier sera porté sur la comparaison de 8 bioessais *in vitro* différents. Dans cette optique, une première étude de pré-validation menée en 2014 a consisté à comparer la sensibilité,

variabilité et reproductibilité de 5 bioessais in vitro différents vis-à-vis d'échantillons d'eaux dopées par des molécules de référence (E2, EE2, E1, bisphénol A). Cette étude, qui a montré une bonne équivalence des modèles entre eux et confirmé leur robustesse pour la détection de niveaux traces d'E2 et EE2 (molécules figurant sur la liste de vigilance de la DCE), a permis de poser les bases de l'inter-comparaison d'échantillons complexes. En 2014, des groupes de travail ont été initiés afin de définir les protocoles d'échantillonnage (40 échantillons d'eaux issus de 7 bassins versants européens), de préparation d'échantillon, d'analyse (hormones E2, EE2 et E1) et de bio-analyse (EEQ par 8 bioessais différents) et de traitement de la donnée. L'exercice final démarrera en 2015 et se terminera en 2016.

## 4.2 Transfert opérationnel des outils

Des travaux ont été menés en vue du transfert vers les opérationnels des techniques mettant en œuvre les échantillonneurs intégratifs.

- Le groupe d'experts AQUAREF a été mobilisé pour statuer sur l'usage des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) dans le cadre de l'application de la DCE. L'objectif du travail réalisé en 2014 était de montrer la possibilité du recours aux EIP par rapport à la surveillance réglementaire actuelle, pour ce qui concerne l'enjeu du rapportage DCE dans les eaux littorales. L'échantillonnage ponctuel par SBSE pour les substances organiques hydrophobes a également été considéré, car il permet de limiter les inconvénients du transport d'échantillons d'eau pour les sites éloignés des laboratoires, comme les DROM. Le groupe AQUAREF a pris en compte, d'une part, les substances prioritaires de la Directive fille NQE (directive 2013/39/CE) pour lesquelles une NQE (norme de qualité environnementale) en moyenne annuelle est mentionnée pour les eaux littorales, d'autre part, les substances de l'état écologique (MEEDDM, 2010) et celles de la Directive Cadre Stratégie pour le Milieu Marin (directive DCSMM 2008/56/CE). Un total de 63 substances a été étudié. La méthode de travail a consisté à vérifier, pour chaque substance, si les méthodes d'échantillonnage actuelles ou pressenties (laboratoires agréés pour matrice eau, laboratoires experts pour technique SBSE et EIP) permettaient de répondre aux exigences réglementaires DCE ( $LQ < NQE/3$ ). Ce travail sera poursuivi en 2015 pour les eaux continentales.
- Un séminaire européen sur l'utilisation des échantillonneurs passifs « Workshop on passive sampling » a été organisé à Irstea, Lyon, France, les 27 et 28 novembre 2014, sous l'égide d'AQUAREF et du réseau Norman. L'année 2015 sera consacrée à communiquer et diffuser les conclusions vulgarisées de cette journée au sein du ministère, du groupe Eaux littorales dont les DROM, du GT Biote, des Agences de l'Eau. Ces conférences ont aussi pour but de communiquer sur l'exercice de démonstration, en cours de préparation, pour accompagner l'usage des échantillonneurs intégratifs passifs dans le cadre de la surveillance.
- Afin de faciliter la mise en œuvre des échantillonneurs intégratifs dans la surveillance des milieux aquatique par des opérateurs non experts et face à un vide normatif, un guide a été rédigé pour la mise en œuvre opérationnelle des Semi Permeable Membrane Device (SPMD). Il propose un schéma de mise en œuvre opérationnelle des SPMD tout en précisant les points critiques de leur utilisation. Il couvre dans son champ d'application les activités suivantes : la planification et l'exécution du travail sur le terrain, le transport depuis le terrain vers le laboratoire, la planification et l'exécution du travail au laboratoire, les calculs permettant de déterminer les concentrations en  $\mu\text{g/l}$ , la restitution des informations et l'expression des données de mesure.

- Dans le même objectif de contribuer à favoriser le transfert opérationnel des outils d'échantillonnage intégratif, AQUAREF a entamé en 2014 la préparation d'un guide technique, rédigé sous la forme d'une norme, pour l'analyse des métaux par échantillonnage intégratif. Ce document «prénormatif» consacré à la partie "laboratoires" pourra dans les années à venir être discuté en commissions de normalisation AFNOR, CEN ou ISO pour déboucher sur une norme officielle.

**Publications** (accessibles par liens hypertextes) :

- ◆ Miège C., Mazzella N., Coquery M. (IRSTEA) - Position du groupe AQUAREF sur la question de l'utilisation des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour le prochain cycle de surveillance (2016-2021) – Note de synthèse AQUAREF 2014
- ◆ Lardy-Fontan S., Cabillic J., Guigues N. (LNE) - Guide pour la mise en œuvre opérationnelle des "semi perméable membrane device (SPMD)" dans les milieux aquatiques – Guide AQUAREF 2014

## 5 Expertise pour la surveillance réglementaire

### 5.1 Appui à la prescription réglementaire

Le premier cycle de surveillance défini par la DCE se termine en 2015. Pour le second cycle 2016-2021, les listes de substances à surveiller réglementairement dans les eaux de surface et les eaux souterraines sont profondément revues afin d'intégrer notamment de nouvelles substances issues des derniers exercices de priorisation nationaux (études prospectives de 2011 et 2012). Afin d'assurer des programmes de surveillance réalistes et adaptés aux objectifs environnementaux, il est nécessaire de définir pour chaque substance, un niveau de performance analytique (limite de quantification) à cibler pour les laboratoires. Dans le cadre de la révision des listes nationales de substances, AQUAREF a été missionné par la Direction de l'Eau et de la Biodiversité pour fixer ces niveaux de performances analytiques. Ce travail a concerné 225 substances en eaux souterraines, 121 en eaux de surface continentales et 73 pour les sédiments. La plupart de ces substances n'étaient jusqu'à présent pas suivies de façon régulière à l'échelle nationale. Pour réaliser ce travail, AQUAREF s'est appuyé sur les résultats d'une enquête réalisée auprès des laboratoires agréés ainsi que sur l'expertise des partenaires du consortium. Le travail réalisé, après approbation par l'ONEMA et la Direction de l'Eau et de la Biodiversité du MEDDE se formalisera d'un point de vue réglementaire par une révision de l'avis de l'arrêté d'agrément des laboratoires, en 2015.

De façon générale, AQUAREF réalise un appui régulier et continu aux pouvoirs publics pour la mise en place des programmes de surveillance de l'état des eaux. Au niveau national, l'année 2014 a été largement consacrée à la révision de l'arrêté « Surveillance » qui décrit les conditions de la surveillance de l'ensemble des masses d'eau en termes notamment de substances à analyser, de fréquence d'échantillonnage, ... AQUAREF a contribué à la révision de cet arrêté.

**Publication** (accessible par lien hypertexte) :

- ◆ Ghestem JP. et Féray C. (BRGM et INERIS) - Appui à la révision des listes de substances pertinentes à surveiller - Enquête sur les capacités analytiques des laboratoires – Rapport AQUAREF 2014

## 5.2 Appui aux gestionnaires de métropole et des DROM

AQUAREF apporte un appui aux gestionnaires des masses d'eau de métropole et des DROM. Cet appui est continu et se concrétise par des avis techniques concernant des difficultés liées à la mise en place de la surveillance ou à l'exploitation des données en lien avec les problématiques analytiques et échantillonnage. Une fois par an, AQUAREF organise une réunion avec des représentants des Agence de l'Eau afin d'évoquer les actions récentes réalisées par AQUAREF et aborder les principales difficultés auxquelles sont confrontées les Agences. En 2014, cette réunion a réuni également la Direction de l'Eau et de la Biodiversité et l'ONEMA afin notamment de discuter du statut des recommandations techniques d'AQUAREF au niveau national. Cette réunion a été l'occasion de confirmer que dans le cadre du Schéma National des Données dur l'Eau, les recommandations techniques d'AQUAREF sont approuvées par l'ONEMA et prescrites par la Direction de l'Eau et de la Biodiversité. Au cours de la réunion, les travaux d'AQUAREF concernant la définition de performances pour les substances pertinentes à surveiller, les évolutions de la codification SANDRE et les travaux récents d'AQUAREF concernant le niveau de confiance sur l'état des masses d'eau ont été également évoqués.

De façon similaire, AQUAREF rencontre annuellement les représentants des DROM lors d'une session du séminaire annuel Interdom organisé par l'ONEMA. Au cours de cette session les thématiques générales des travaux d'AQUAREF sont abordées et un accent est mis sur les problématiques spécifiques des DROM (chaîne du froid, délais de transport, ...).

Une action spécifique a également été menée en collaboration avec les Agences de l'Eau pour définir des règles permettant une meilleure exploitation des offres des laboratoires dans le cadre des marchés d'analyses.

## 5.3 Appui aux stratégies nationales de surveillance

- La DCE fixe des objectifs aux états membres pour la surveillance des tendances d'évolution des concentrations de certaines substances hydrophobes dans les sédiments. Les données de surveillance actuellement collectées sur ce support ne sont pas toujours exploitées faute d'une méthodologie claire. Un guide européen sur la surveillance des sédiments et du biote a été publié mais les recommandations qui y figurent concernant l'évaluation des tendances sont encore trop générales et pas directement applicables. En 2014, les travaux AQUAREF ont consisté en un bilan des techniques et des méthodologies mises en œuvre pour l'estimation des tendances dans les sédiments continentaux, incluant les étapes de prétraitement et de normalisation des résultats. Ces travaux se poursuivront en 2015.
- Par ailleurs, un retour d'expérience par AQUAREF a été établi concernant les problématiques d'échantillonnage et d'analyse relatives aux deux campagnes prospectives de recherche de contaminants émergents organisées en France, en 2011 pour les eaux souterraines et en 2012 pour les eaux de surface. Il vient compléter d'autres retours d'expérience focalisés sur des aspects organisationnels. S'appuyant sur les constats effectués, il propose une liste de 19 recommandations relatives à l'échantillonnage, aux analyses et aux questions d'organisation générale impactant la donnée.

## 6 Valorisation des travaux

### 6.1 Site [www.aquaref.fr](http://www.aquaref.fr)

Les résultats des travaux réalisés dans le cadre du programme AQUAREF sont mis à disposition du public sur le site [www.aquaref.fr](http://www.aquaref.fr), dans un espace documentaire permettant une recherche par thème, par année de programme et par établissement porteur au sein du consortium.

À la date de finalisation du présent rapport d'activité, plus de 50 publications élaborées dans le cadre du programme 2014, figurent sur le site internet.

Le site jouit d'une fréquentation globale de 20 000 visites par an environ.

### 6.2 Normalisation

La normalisation constitue l'une des voies de valorisation et de transfert des développements et validations scientifiques et techniques d'AQUAREF.

▪ Ainsi, dans le domaine de la surveillance chimique, les travaux scientifiques et techniques réalisés dans le cadre des programmes AQUAREF des années antérieures et portés en normalisation, ont abouti en 2014 à la publication des documents normatifs suivants aux niveaux français et international :

- ISO 5667-14 « Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 14 : lignes directrices pour le contrôle de la qualité dans l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales »
- ISO 5667-6 « Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 6 : lignes directrices pour l'échantillonnage des rivières et des cours d'eau »
- ISO 16308 « Qualité de l'eau - Détermination du glyphosate et de l'AMPA - Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) avec détection par spectrométrie de masse en tandem »

D'autres travaux AQUAREF ont progressé dans la voie normative ou alimenté les projets de normes au cours de l'année 2014 :

- FD T 90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et conservation des eaux » : publiée en 2015
- FD T 90-230 « Qualité de l'eau - Caractérisation des méthodes d'analyses - Guide pour la sélection d'une matrice représentative d'un domaine d'application » : publiée en 2015
- FD T 90-523-1 « Qualité de l'eau - Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement - Partie 1 : prélèvement d'eau superficielle » : en phase de révision
- FD T 90-523-2 « Qualité de l'eau - Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement - Partie 2 : prélèvement d'eau résiduaire » : en phase de révision
- XP T 90-214 « Qualité de l'eau - Caractérisation d'une méthode - Critères pour l'évaluation d'une méthode d'analyse pour la détermination de composés organiques multi-classes par spectrométrie de masse »

▪ Dans le domaine de la bioindication, plusieurs travaux relatifs aux indicateurs pour les eaux douces ou le milieu marin ont progressé dans le processus normatif :



- Rédaction d'un projet de norme française expérimentale (XP) – « Échantillonnage du phytoplancton en lacs, cours d'eau profond et eaux littorales »
- Révision de la norme NF T90-354 (2007) - « Détermination de l'Indice Biologique Diatomique »
- Rédaction du guide d'application de la norme XP T90-328 - « Échantillonnage des macrophytes en plans d'eau »
- Projet de norme EN « Guidance on Recording extent and density of Zostera and macroalgae beds in the littoral environment » : Méthodologie de suivi, échantillonnage et cartographie des macroalgues et des zostères en milieu littoral

### 6.3 Valorisation scientifique

Certains résultats issus du programme AQUAREF font l'objet d'une dissémination par des publications et communications scientifiques.

Les travaux réalisés dans le cadre du programme 2014 ont été valorisés dans les communications listées ci-dessous (liste établie à la date de finalisation du présent rapport d'activité).

#### ◆ Publications dans des revues scientifiques :

Référence de la publication	Chapitre concerné dans le présent rapport
Dabrin A., Ghestem J-P., Uher E., Gonzalez J-L., Allan I.J, Schintu M., BELZUNCE-Seguara M.J., Balaam J., Peinerud E., Miège C., Coquery M., 2015. Metal measurement in aquatic environments by passive sampling methods: lessons learning from an in situ intercomparison exercise. Environmental Pollution. Volume 208, Part B, p. 299–308	4.1.1
Assoumani A., Margoum C., Chataing S., Guillemain C., Coquery M., 2014. Use of passive stir bar sorptive extraction as a simple integrative sampling technique of pesticides in freshwaters: Determination of sampling rates and lag-phases. Journal of Chromatography A, 1333, p. 1-8.	4.1.1
Assoumani A., Margoum C., Guillemain C., Coquery M., 2014. Use of experimental designs for the optimization of stir bar sorptive extraction coupled to GC-MS/MS and comprehensive validation for the quantification of pesticides in freshwaters. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 406 (11), p. 2559-2570.	4.1.1
Assoumani A., Coquery M., Liger L., Mazzella N., Margoum C., 2015. Field application of passive SBSE for the monitoring of pesticides in surface waters. Environ Sci Pollut Res, 22, p. 3997-4008	4.1.1

Miège C., Mazzella N., Allan I., Dulio V., Smedes F., Tixier C., Vermeirssen E., Brant J., O'Toole S., Budzinski H., Ghestem J-P., Staub, P-F., Lardy-Fontan S., Gonzalez J-L., Coquery M. and Vrana B., 2015. Position paper on passive sampling techniques for the monitoring of contaminants in the aquatic environment - Achievements to date and perspectives. Trends in Environmental Analytical Chemistry. 8, p. 20-26 4.2

Munsch C., Olivier N., Veyrand B., Marchand P., 2015. Occurrence of legacy and emerging halogenated organic contaminants in marine shellfish along French coasts. Chemosphere. 118, p. 329-335 5.3

◆ **Communications orales dans des congrès scientifiques :**

Référence de la communication	Chapitre concerné dans le présent rapport
Guillemain C., Margoum C., Assoumani A., Coquery M. Comparison of the performances of Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) coupled to GC-MS-MS and UHPLC-MS-MS for the analysis of pesticides in freshwaters. 8th European Conference on Pesticides and Related Organic Micropollutants in the Environment and 14th Symposium on Chemistry and Fate of Modern Pesticides, Ioannina, GRC, 18/09/2014.	4.1.1
Magnier A., Dabrin A., Grisot G., Coquery M. Development of passive samplers for the simultaneous measurement of inorganic mercury and methylmercury in surface waters. SETAC Europe 24th Annual Meeting, Bâle, CHE, 11/05/2014	4.1.1
Magnier A., Dabrin A., Grisot G., Coquery M. Quantification of inorganic mercury and methylmercury in surface waters using a DGT passive sampler. THE BNASS / TraceSpec Tandem Conference, Aberdeen, GBR, 31/08/2014	4.1.1
Magnier A., Dabrin A., Grisot G., Coquery M. Development of a passive sampler for the quantification of inorganic mercury and methylmercury in freshwaters. 38th International Symposium on Environmental Analytical Chemistry – ISEAC38, Lausanne, CHE, 17/06/2014	4.1.1
Daniel A., (2014) Use of pasteurization to preserve nutrients in seawater samples and in reference material. QUASIMEME Workshop - Combination workshop on the Analysis of Nutrients and Chlorophyll and Pheopigments in Seawater - Oostend, 4-6 February 2014.	4.1.3
Kunz P, Aït-Aïssa S, Creusot N, Homazava N, Jayasinghe S, Maletz S, Schifferli A, Schönlau C, Denslow N, Hollert H, Werner I. Effect-based tools for monitoring (xeno)estrogens in surface waters: Variability and reproducibility of sample preparation and 5 different in vitro assays. 24th annual meeting of the SETAC Europe, May 11-15, 2014, Basel, Suisse	4.1.4

Kase R, Werner I, Hollert H, Vermeirssen E, Buchinger S, Behnisch P, Jarosova B, Lettieri T, Carvalho R, Loos R, Clayton H, Perceval O, Aït-Aïssa S, Creusot N, Reifferscheid G, Ternes T, Heiss C, Seiler TB, Kunz P, Kienle C, Dulio V, Valsecchi S, Carere M. Effect-based and chemical analytical monitoring for the steroidal estrogens: An international project to cope with a monitoring challenge. 25th annual meeting of the SETAC Europe, May 2015, Barcelona, Spain. 4.1.4

Tixier C., Gonzalez J-L., Brant J. The use of PS as routine tools in large monitoring programmes (organics and metals). Workshop on Passive Sampling techniques for monitoring of contaminants in the aquatic environment: Achievements to date and future perspectives. Organised jointly by NORMAN Network and AQUAREF, 27-28 November 2014, Lyon, France. 4.2

Tixier C., Olivier N., Héas-Moisan K., Pollono C., Veyrand B., Marchand P., Munsch C. Contamination levels of selected emerging halogenated organic contaminants in marine shellfish along French coasts. 15th EuCheMS International Conference on Chemistry and the Environment, 20-24 septembre 2015, Leipzig, Allemagne. 5.3



## Contacts

*Christine Féray,  
Directrice du programme scientifique et technique AQUAREF  
christine.feray@ineris.fr*

*Cécile Levasseur,  
Assistante du programme AQUAREF  
cecile.levasseur@ineris.fr*

[www.aquaref.fr](http://www.aquaref.fr)