

PROGRAMME SCIENTIFIQUE et TECHNIQUE 2016-2018

Révision 2018

Mise à jour : janvier 2018

Référence du document : 18-0001A

Préambule

La surveillance des milieux aquatiques est l'un des piliers de la politique de l'eau, renforcé par la directive cadre européenne sur l'eau (DCE) du 23 octobre 2000, sur lequel reposent l'évaluation de l'état des eaux et le suivi de son évolution, ainsi que la définition des objectifs à atteindre et les moyens de gestion à mettre en œuvre pour atteindre ces objectifs.

Pour assurer la fiabilité des données de surveillance, AQUAREF, laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques, a été créé en 2007. Les 5 partenaires fondateurs du consortium (BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea, LNE) ont été sollicités à la demande de la direction de l'eau du ministère en charge de l'écologie. Le consortium s'est vu confier 3 missions :

- élaborer des règles relatives aux processus de prélèvement, de mesure, et d'analyse, afin de fiabiliser la qualité des données de surveillance,
- constituer une force de proposition pour l'anticipation de la surveillance,
 - représenter la France dans les groupes d'experts techniques européens.

En outre, le Schéma National des Données sur l'Eau (SNDE) a attribué à AQUAREF le rôle clé d'élaborer les méthodologies communes en matière de mesures, de prélèvements et d'analyses, dans le cadre de la production de données par le Système d'Information sur l'Eau (SIE).

Les 5 partenaires reçoivent le soutien de l'Agence Française pour la Biodiversité (AFB) pour la mise en œuvre de la plus grande part de leurs missions techniques.

Depuis 2013, AQUAREF a structuré son programme scientifique et technique autour de 9 thèmes (A à I) dans les domaines de la chimie et de l'hydrobiologie. Depuis 2017, ce programme a été complété par un nouveau volet consistant en la réalisation d'études de démonstration sur des outils innovants de surveillance.

En partenariat avec l'ONEMA, puis l'AFB, un programme de travail triennal 2016-2018 a été élaboré par AQUAREF. La définition des actions au sein de chaque thème s'est appuyée sur les orientations stratégiques 2015-2018 (www.aquaref.fr) du consortium et sur l'analyse des besoins pour la surveillance exprimés par les acteurs de l'eau : "Surveillance de la qualité des milieux aquatiques – Recueil des besoins en termes d'appui, de méthodes et d'outils, Période 2015-2018" élaboré par l'ONEMA en mars 2015 (<http://www.onema.fr/La-surveillance-de-la-qualite-des-eaux>). Le volet « études de démonstration », introduit en 2017, s'inscrit dans le cadre du Réseau de Surveillance Prospective, mis en place par le Ministère de l'Ecologie et l'ONEMA, en collaboration avec les Agences de l'Eau.

Le programme d'actions 2016-2018 est mis à jour et complété chaque année. Le présent document constitue la révision 2018.

Déclinaison et articulation des thèmes du programme AQUAREF

Améliorer la qualité de la donnée	
Thème A <i>« Recommandations, aide à la décision »</i>	Fournir un appui technique aux donneurs d'ordres et gestionnaires (Ministère de l'environnement, AFB, Agences et Offices de l'Eau, DREAL, DEAL) dans leurs politiques de surveillance des milieux aquatiques Apporter une expertise technique au niveau européen en appui au ministère de l'environnement
Thème B <i>« Mettre en œuvre les méthodes de bioindication dans la surveillance et l'évaluation »</i>	Encadrer la mise en œuvre des protocoles d'acquisition de données hydrobiologiques et des méthodes d'évaluation Définir la notion et les sources d'incertitudes en mesure hydrobiologique Acquérir les données nécessaires à la quantification et à l'impact des incertitudes dans la chaîne d'évaluation
Thème C <i>« Améliorer les opérations d'échantillonnage »</i>	Améliorer la connaissance de l'influence de l'échantillonnage sur la qualité des données de surveillance des milieux aquatiques Définir des recommandations techniques pour la surveillance Contribuer à l'amélioration et à l'harmonisation des pratiques d'échantillonnage et de mesures sur site Évaluer les pratiques des opérateurs pour adapter nos recommandations
Thème D <i>« Améliorer les opérations d'analyses physico-chimiques »</i>	Développer et valider des méthodes analytiques dont les performances sont compatibles avec les niveaux requis pour la surveillance réglementaire, à des coûts acceptables. Transférer ces méthodes Définir des recommandations techniques pour la surveillance Évaluer les pratiques des laboratoires
Thème E <i>« Garantir la qualité des données bancarisées »</i>	Fournir des outils aux opérateurs analytiques pour leur permettre d'assurer la traçabilité métrologique et documentaire des mesures en vue d'améliorer la qualité des données de surveillance : - outils pour assurer la qualité des mesures - appui aux processus de bancarisation des données

Anticiper la surveillance future	
Thème F <i>« Nouveaux outils et connaissances pour optimiser les stratégies de surveillance »</i>	Évaluer la faisabilité et les performances des dispositifs de mesure consacrés à l'amélioration des connaissances sur les substances émergentes Préparer des recommandations pour l'application d'outils innovants en vue de la révision de la DCE en 2019
Thème G <i>« Valider et transférer des méthodes et technologies innovantes »</i>	Réaliser une veille sur les outils innovants pour la surveillance Développer et harmoniser des outils innovants d'échantillonnage, d'analyse ou de caractérisation des effets, pour l'identification et la quantification des substances chimiques dans les milieux aquatiques Définir leur domaine d'application et élaborer des guides de validation et d'utilisation afin de favoriser le transfert de ces technologies vers l'opérationnel
<i>Etudes de démonstration sur des outils innovants dans le cadre du Réseau de Surveillance Prospective</i>	Dans le cadre du Réseau de Surveillance Prospective : Valider, via des exercices de démonstration sur le terrain, l'opérationnalité de nouveaux outils et de nouvelles stratégies de surveillance basées sur l'application intégrée d'outils innovants

Normalisation

Thème H

« Normalisation – chimie »

Proposer aux pouvoirs publics des éléments de stratégie de normalisation nationale pour répondre aux enjeux DCE

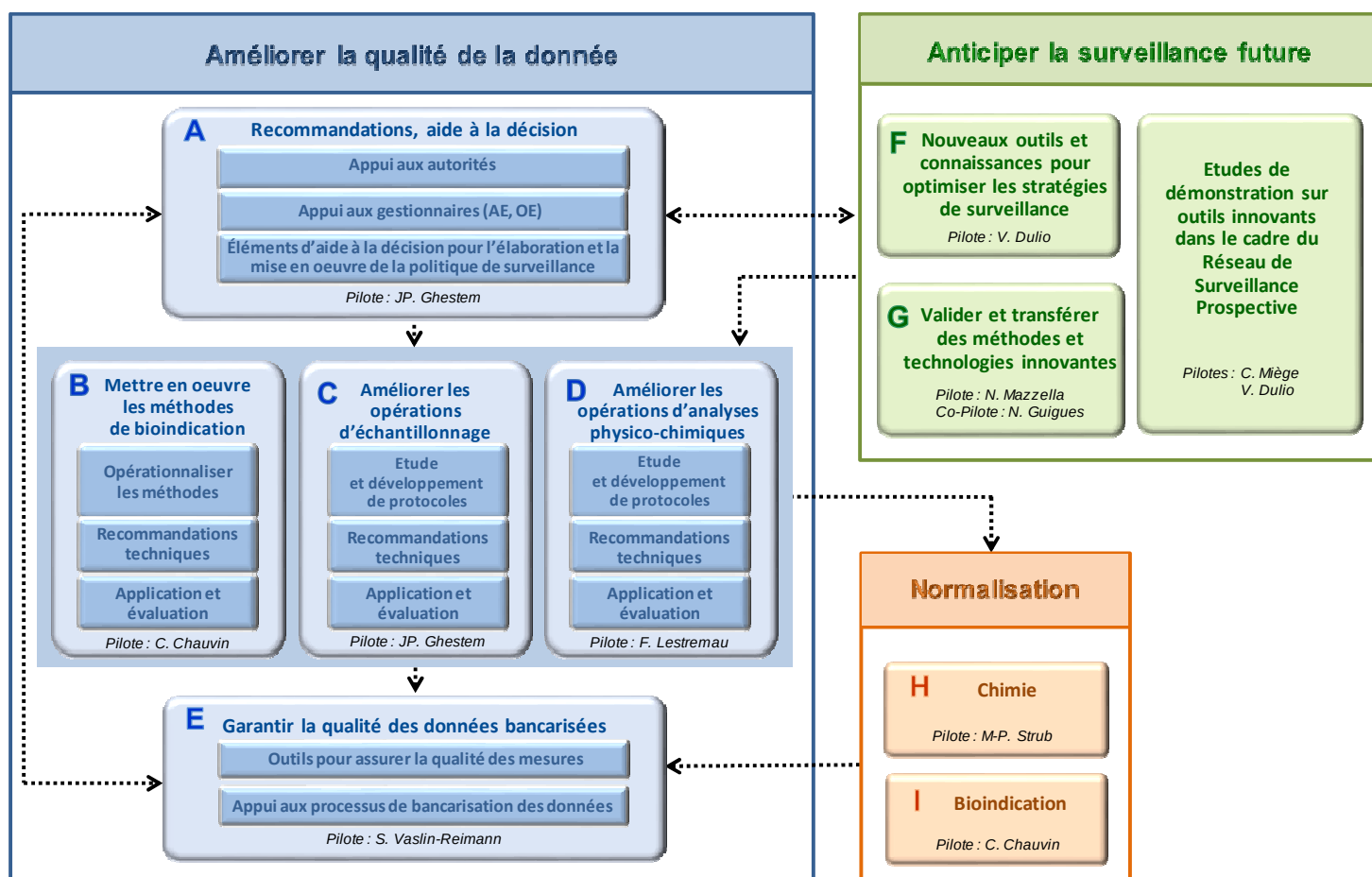
Analyser les enjeux européens et internationaux en termes de développement de méthodes officielles d'analyses physico-chimiques

Thème I

« Normalisation – bioindication »

Piloter l'élaboration des documents normatifs nationaux encadrant les mesures hydrobiologiques

Disposer à moyen terme de l'ensemble des documents méthodologiques de référence nécessaires à la surveillance DCE



SOMMAIRE

Thème A – Recommandations, aide à la décision.....	9
Thème B – Mettre en oeuvre les méthodes de bioindication.....	25
Thème C – Améliorer les opérations d'échantillonnage	37
Thème D – Améliorer les opérations d'analyses physico-chimiques.....	53
Thème E – Garantir la qualité des données bancarisées	71
Thème F – Nouveaux outils et connaissance pour optimiser les stratégies de surveillance	89
Thème G – Valider et transférer des méthodes et technologies innovantes	101
Thème H – Normalisation - Chimie	117
Thème I – Normalisation - Hydrobiologie	129
<i>Etudes de démonstration sur des outils innovants dans le cadre du Réseau de Surveillance Prospective :</i>	
Evaluation de la pertinence des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour la surveillance des milieux aquatiques.....	135
Application de nouveaux outils pour préparer la surveillance future.....	151



THÈME A

Recommandations, aide à la décision

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Recommandations, aide à la décision
Action n°	Aquaref Thème A
Programmation AFB	
Contexte de l'action	Cette action permanente vise à fournir aux donneurs d'ordre des éléments techniques opérationnels leur permettant de mettre en œuvre les opérations de surveillance des masses d'eau de façon fiable. Elle vise également à proposer des recommandations sur l'interprétation des données en lien avec les problématiques d'échantillonnage et d'analyse.
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	Fournir un appui technique aux donneurs d'ordre publics et aux gestionnaires dans le contexte de la surveillance des milieux aquatiques et dans le champ de compétence d'Aquaref (qualité de donnée).
Résumé de l'action au titre de la convention 2016-2018	Le thème se compose de la coordination et de quatre ensembles d'actions : A0 - Pilotage du thème (BRGM) • Programmation, suivi, valorisation des actions du thème A1 - Appui aux autorités • A1a : Participation aux GT nationaux chimie et hydrobiologie (volet chimie : BRGM, LNE, INERIS, Irstea, IFREMER / volet hydrobiologie : Irstea) • A1b : Appui technique à la DEB pour les textes réglementaires et appuis divers (BRGM, LNE, INERIS, Irstea, IFREMER) • A1c : Appui technique à la DEB pour l'élaboration de positions françaises au niveau européen (BRGM, LNE, INERIS, Irstea) • A1d (1 et 2) : Appui technique à l'AFB et au MTES pour la gestion du dispositif agrément (BRGM, LNE, INERIS, Irstea, IFREMER) • A1e : Appui technique à la préparation, réalisation, exploitation des campagnes exceptionnelles de surveillance des eaux (BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea, LNE) [Action intégrée au thème F à partir de 2017] • A1f : Appui technique à l'AFB pour l'élaboration de cahiers des charges communs pour la surveillance (BRGM, INERIS, LNE, Irstea, IFREMER) • A1g : Appui au COFRAC pour la révision du programme 100-3 "méthodes hydrobiologiques" : en suspens • A1h : Journées techniques évaluateurs "échantillonnage phytoplancton" (Irstea) • A1i : Préparation d'un document pour 2017 proposant une méthodologie de contrôle des prestataires de surveillance en chimie et hydrobiologie (BRGM, LNE, INERIS) • A1j : Appui à la mise en œuvre de la surveillance chimique sur biote : coordination des différentes actions et acteurs Aquaref concernant la surveillance biote (INERIS, Irstea, LNE, IFREMER). • A1k : Participation à la mission « Gouvernance des référentiels et des indicateurs

	du GCIB » (Irstea, IFREMER) (hydrobiologie) • A1l : Appui aux travaux d'EcoStat GT Nutriments (Irstea) A2 - Appui aux gestionnaires (AE, OE) • A2a : Appui aux gestionnaires : AFB, AE, OE, DEAL, DREAL : réunions Aquaref AE - Aquaref OE (BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea, LNE) • A2b : Appui technique aux gestionnaires concernant les performances analytiques pour les substances hors agrément (BRGM, LNE, INERIS, Irstea) A3 - Eléments d'aide à la décision pour l'élaboration et la mise en œuvre de la politique de surveillance • A3a : Notes de positions sur des questions récurrentes relatives aux problématiques analytiques et échantillonnage (BRGM, LNE, INERIS, Irstea, IFREMER) • A3b (2017) : Appui aux gestionnaires (AFB, AE, OE, DEAL, DREAL) : Synthèse sur la problématique de la surveillance de certaines classes de paramètres réglementés (BRGM, INERIS) • A3d : Évaluation des tendances pour la matrice sédiment (Irstea, BRGM) A4 – Préparation d'un colloque de restitution des résultats d'AQUAREF (BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea, LNE)																						
Acteurs	Responsable Opérateur : <table><tr><td>BRGM</td><td>J-P. Ghestem (pilote de thème)</td></tr><tr><td>IFREMER</td><td>B. Andral</td></tr><tr><td>INERIS</td><td>A. Assoumani, F. Lestremau</td></tr><tr><td>Irstea</td><td>M. Coquery</td></tr><tr><td>LNE</td><td>S. Lardy-Fontan</td></tr></table> Autres correspondants Opérateur : <table><tr><td>BRGM</td><td>L. Amalric, A. Togola, P. Moreau, N. Baran</td></tr><tr><td>IFREMER</td><td>A. Huguet</td></tr><tr><td>INERIS</td><td>F. Lestremau, B. Lepot, M-P. Strub</td></tr><tr><td>Irstea</td><td>A. Dabrin, C. Miège, C. Chauvin, C. Laplace-Treyture, A Yari</td></tr><tr><td>LNE</td><td>B. Lalère, N. Guigues, G. Labarraque,</td></tr></table> Correspondant AFB : S. Lorient Autre(s) correspondant(s) : AFB P-F. Staub Autre(s) correspondant(s) : MTES O. Gras (DEB), B. Lyan (DGPR)			BRGM	J-P. Ghestem (pilote de thème)	IFREMER	B. Andral	INERIS	A. Assoumani, F. Lestremau	Irstea	M. Coquery	LNE	S. Lardy-Fontan	BRGM	L. Amalric, A. Togola, P. Moreau, N. Baran	IFREMER	A. Huguet	INERIS	F. Lestremau, B. Lepot, M-P. Strub	Irstea	A. Dabrin, C. Miège, C. Chauvin, C. Laplace-Treyture, A Yari	LNE	B. Lalère, N. Guigues, G. Labarraque,
BRGM	J-P. Ghestem (pilote de thème)																						
IFREMER	B. Andral																						
INERIS	A. Assoumani, F. Lestremau																						
Irstea	M. Coquery																						
LNE	S. Lardy-Fontan																						
BRGM	L. Amalric, A. Togola, P. Moreau, N. Baran																						
IFREMER	A. Huguet																						
INERIS	F. Lestremau, B. Lepot, M-P. Strub																						
Irstea	A. Dabrin, C. Miège, C. Chauvin, C. Laplace-Treyture, A Yari																						
LNE	B. Lalère, N. Guigues, G. Labarraque,																						
Actions liées	Le thème A s'appuie sur l'expertise acquise dans le cadre de l'ensemble du programme Aquaref.																						
Date de rédaction de la fiche	19 décembre 2017	Version	VF																				

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Périmètre et finalité de l'action

Cette action permanente vise à fournir aux donneurs d'ordre des éléments techniques opérationnels leur permettant de mettre en œuvre les opérations de surveillance des masses d'eau de façon fiable et elle vise également à proposer des recommandations sur l'interprétation des données en lien direct avec les problématiques d'échantillonnage et d'analyse.

L'action est structurée en trois sous-actions auxquelles s'ajoute le pilotage du thème.

A0 - Pilotage du thème (BRGM) : 2016-2018

L'action consiste en la programmation, le suivi et la valorisation des actions du thème. En 2016 et 2017, une profonde refonte du site internet Aquaref est prévue. Il est prévu de réfléchir à la structuration du site et à la valorisation des résultats du thème sur le site (contribution à la refonte du site Aquaref, présentation, classement, structuration des résultats du thème, contribution au rapport d'activité, ...).

A1 - Appui aux autorités

A1a (2016-2018) : Participation aux GT nationaux (volet chimie : **BRGM**, LNE, INERIS, Irstea, IFREMER / volet hydrobiologie : **Irstea**)

Cette action concerne à la fois la chimie et l'hydrobiologie. Elle a pour objectif l'apport de l'expertise Aquaref et le recueil des besoins au sein des GT nationaux : GT substances, GT eaux souterraines, GT DCE ESC, GT EL. La participation au GT biote est prévue en action A1j. Dans le cadre de cette fiche, la participation des établissements cités se fait au titre d'Aquaref. Cette action inclut également à partir de 2017 la participation au GT National Sédiment.

A1b (2016-2018) : Appui technique à la DEB pour les textes réglementaires et appuis divers (**BRGM**, INERIS, Irstea, LNE, IFREMER)

Cette action vise à apporter à la Direction de l'Eau et de la Biodiversité du MTES un appui technique pour la préparation et l'application des textes réglementaires et autres appuis divers. A la demande de la DEB, une contribution spécifique pourra être apportée (en fonction des discussions nationales) sur la mise à jour de l'indice de confiance actuel sur l'état des masses d'eau (Aquaref sera contributeur en fonction des demandes exprimées mais pas porteur sur ce sujet).

A1c (2016-2018) : Appui technique à la DEB pour l'élaboration de positions françaises au niveau européen (**BRGM**, INERIS, Irstea, LNE)

Cette action concerne l'apport d'appui technique à la DEB dans les discussions menées au niveau européen notamment au sein du WGE. Cet appui ne comprend pas l'appui à la mise en place et à l'organisation de l'exercice relatif à la liste de vigilance.

A1d (2016-2018) : Appui technique à l'AFB et au MTES pour la gestion du dispositif agrément (**BRGM**, INERIS, Irstea, LNE, IFREMER)

- A1d1 : appui régulier au dispositif agrément (2016-2018)

AQUAREF apporte un soutien continu au MTES et l'AFB sur les questions techniques relatives au dispositif d'agrément. En 2016, le principal appui concernera la finalisation de la révision de l'arrêté agrément et si besoin la mise à jour de l'avis agrément. Un appui sera également apporté aux réflexions DEB AFB sur le

besoin d'une animation du réseau des laboratoires agréés (suite aux recommandations du CGEDD) et à la réflexion sur la reconnaissance du métier de préleveurs (agrément, accréditation, habilitation, ...).

- A1d2 : appui spécifique concernant « l'animation des laboratoires agréés » (2018)

En plus des actions habituelles d'appui au dispositif d'agrément, il est proposé d'apporter un appui à l'AFB sur la mise en place d'une organisation pérenne destinée à améliorer les liens avec les laboratoires agréés. Cette action fait suite aux conclusions de la mission du CGEDD sur le dispositif d'agrément et à la note AQUAREF 2016 faisant des recommandations à ce sujet. Les pistes de discussion sont :

- La mise en place et organisation en 2018 d'une réunion avec l'ensemble des acteurs de l'agrément incluant les représentants des associations de laboratoires
- La préparation en 2018 d'une réunion 2019 avec l'ensemble des laboratoires agréés (éventuellement en collaboration avec l'ANSES sur une ou des problématiques communes)

A1e (2016-2018) : Appui technique à la préparation, réalisation, exploitation des campagnes exceptionnelles de surveillance des eaux (BRGM, LNE, INERIS, Irstea, IFREMER)
Action intégrée au thème F à partir de 2017

L'appui technique d'Aquaref à l'organisation et à la gestion des campagnes 2016-2017 de mesures pour la liste de vigilance comprendra :

- La centralisation et l'animation des échanges techniques, notamment ceux relatifs à la « validation » des résultats obtenus par les laboratoires de la campagne. Les laboratoires de la campagne étant en grande partie les contributeurs également à l'action Aquaref, cette étape recouvrira une expertise collective et croisée sur les résultats obtenus par chaque laboratoire avec la contribution du BRGM, de l'INERIS, du LNE, d'Irstea et IFREMER (Irstea et IFREMER ne participent pas en tant que laboratoire d'analyse sur cette campagne). Cette action d'animation des échanges techniques sera assurée par le BRGM, pilote de l'action pour Aquaref.
- L'appui à la sélection des points de l'étude (INERIS)
- Pilotage de la logistique « prélèvements » (lien et échanges avec les préleveurs) et organisation d'une journée avec les préleveurs avant démarrage de l'étude : sensibilisation des préleveurs sur les risques de contamination des polluants émergents avec focus sur quelques substances spécifiques à l'étude, explication du circuit de livraison et dépôts des glacières, discussion sur les fiches terrains, etc... (INERIS avec la collaboration du LNE et du BRGM)
- Format de restitutions des données prélèvement et analyse : les résultats seront fournis à l'AFB dans le format qui sera défini au niveau national. L'INERIS, via la coordination du réseau NORMAN responsable des formats d'échange EU-compatibles type « EMPODAT », fera une proposition de format de restitution à valider par les autres partenaires impliqués dans la réalisation des analyses (BRGM et LNE). Des réunions seront organisées avec les partenaires Aquaref afin de définir les champs (métadonnées notamment) et le format de restitution ainsi que le moyen de transmission à l'INERIS (intranet ou saisie en ligne). Une notice utilisateur des outils mis en place sera rédigée. Un format de restitution unique sera défini et transmis aux différents interlocuteurs.
- Une expertise sédiment/biote (le cas échéant, à partir de 2018) (Irstea)

Cette action comprend également une contribution aux discussions sur l'organisation des futures campagnes exceptionnelles, le cas échéant.

A1f (2016-2018) : Appui technique pour l'élaboration de CDC communs pour la surveillance (BRGM, INERIS, LNE, Irstea, IFREMER)

Dans un objectif d'élaborer des guides ou cahiers des charges nationaux pour la surveillance, l'AFB a entamé une étude des documents d'appel d'offres des gestionnaires et une comparaison avec les guides techniques préparés par AQUAREF. Ces éléments seront discutés en 2016, sous le pilotage de l'AFB, dans le cadre de l'élaboration d'un premier document guide ministériel, dont des mises à

jour sont envisagées pour 2017 et/ou 2018. Aquaref sera sollicité pour participer à ces discussions sous la forme d'une ou deux réunions dans l'année.

A1g (2016) : Appui au COFRAC pour la révision du programme 100-3 "méthodes hydrobiologiques" (Irstea)

En 2015, le COFRAC initie la révision du programme 100-3, qui encadrait les processus d'accréditation pour les méthodes hydrobiologiques. Cette mise à jour constitue un travail de fond, puisque le 100-3 était devenu obsolète depuis la mise en œuvre des méthodes développées pour la surveillance dans les réseaux DCE.

Cette action consiste à participer aux réflexions du groupe de travail COFRAC qui est mis en place pour établir un nouveau document de référence. La participation d'Aquaref, en appui aux membres du GT, constitués principalement d'évaluateurs techniques du COFRAC, vise à assurer la cohérence avec les méthodes hydrobiologiques développées et les autres actions du programme Aquaref concernant la qualité des données. **Action en suspens (retrait d'Irstea)**

A1h (2016) : Journées techniques évaluateurs "échantillonnage phytoplancton" (Irstea)

Selon les programmes établis pour la surveillance des masses d'eau continentales, l'élément biologique « phytoplancton » est mesuré dans les plans d'eau et les grands cours d'eau. Au titre de l'arrêté portant sur l'agrément des laboratoires, c'est la seule mesure hydrobiologique dont le prélèvement et l'analyse peuvent être programmés de façon distincte, et réalisés par des opérateurs différents.

Cette particularité est justifiée par le fait que l'échantillonnage du phytoplancton se rapproche d'un prélèvement d'eau. Dans un objectif d'optimisation des moyens mobilisés pour les prélèvements, il a été admis que des opérateurs de prélèvement d'eau peuvent également réaliser l'échantillonnage du phytoplancton, à la condition que ce prélèvement réponde aux prescriptions des référentiels spécifiques (protocoles et normes spécifiques).

Il est donc prévu d'inclure cette spécificité dans la portée d'accréditation des opérateurs réalisant les prélèvements d'eau. À ce titre, une mise à niveau des évaluateurs techniques du COFRAC est nécessaire, afin qu'ils maîtrisent les référentiels dédiés à cet échantillonnage dans les audits d'évaluation des préleveurs.

Cette action Aquaref consiste en une journée technique à destination des évaluateurs du COFRAC déjà habilités sur les méthodes hydrobiologiques. Cette journée sera organisée par Irstea Bordeaux, sous l'égide du COFRAC. Elle comprendra des interventions théoriques sur le protocole d'échantillonnage et d'analyse du phytoplancton en plans d'eau et en grands cours d'eau, ainsi qu'une partie sur le terrain, avec démonstration in situ de l'échantillonnage, pour ces deux catégories de masses d'eau.

A1i (2016-2017) : Préparation d'un document proposant une méthodologie de contrôle des prestataires de surveillance (chimie) (BRGM, INERIS, LNE)

Suite de la mission du CGEDD, Aquaref propose la préparation sur 2 ans d'un document décrivant une méthodologie de contrôle des prestataires de surveillance.

La première année (2016) sera consacrée à la synthèse des contrôles réalisés ces dernières années auprès de leurs prestataires. Cette synthèse s'intéressera principalement aux méthodes employées mais aussi aux informations les plus utiles qui seront ressorties de ces contrôles. Cette analyse intégrera les opérations menées pour les analyses chimiques.

La deuxième année (2017) sera consacrée à l'élaboration de recommandations méthodologiques pour la réalisation de contrôles des prestataires de surveillance.

L'action similaire pour l'hydrobiologie est en suspens (retrait d'Irstea).

A1j (2016-2018) : Mise en œuvre de la surveillance biote : coordination des différentes actions et acteurs Aquaref concernant la surveillance biote (INERIS, LNE, Irstea, IFREMER)

L'entrée en vigueur de la directive 2013/39/UE du Parlement européen et du Conseil du 12 août 2013 modifiant les directives 2000/60/CE et 2008/105/CE en ce qui concerne les substances prioritaires pour la politique dans le domaine de l'eau implique non seulement des nouvelles substances à suivre mais également des changements en termes de supports à analyser. Le texte modifie la Directive Cadre sur l'Eau (DCE) et concerne notamment l'introduction de douze nouvelles substances, qui viennent compléter la liste des 33 substances prioritaires pour lesquelles les Etats membres doivent respecter des normes de qualité environnementale. Cela implique donc que 45 substances devront être suivies dans le réseau des Agences de l'Eau pendant le prochain cycle de la DCE (2016-2021). Toutefois cette Directive introduit également une nouvelle matrice pertinente à surveiller destinée aux substances hydrophobes. En effet, pour 11 substances il est demandé un suivi dans la matrice biote compte tenu des difficultés à attendre des performances analytiques suffisantes vis-à-vis de normes de qualité environnementale dans la matrice eau.

Cette nouvelle surveillance demande une implication de la part d'Aquaref pour appuyer l'AFB dans la mise en place de cette surveillance, prévue pour fin 2017. Il est également nécessaire qu'Aquaref mette en place une coordination de ses actions techniques sur cette nouvelle matrice de surveillance afin de permettre une bonne prise en compte des besoins au sein des différentes fiches thèmes. Cette action prévoit donc de :

- Participer aux instances nationales comme le GT Biote et si nécessaire aux travaux qui s'effectuent au niveau européen ; le coordinateur devra également faire part, diffuser les demandes des membres du GT Biote aux acteurs d'Aquaref concernés ;
- Assurer le partage d'information et la collaboration entre les acteurs en charge de l'échantillonnage (équipes régionales de l'AFB, Irstea, Agences de l'eau, BE, etc..) et les acteurs en charge de l'analyse (organismes d'Aquaref F, laboratoires de routine, etc...) ; dans le domaine de compétence d'Aquaref, ce sont surtout les questions techniques relatives au cahier des charges techniques de l'échantillonnage sur site qui seront abordés et non la stratégie d'échantillonnage. Cependant, Aquaref veillera à faire remonter les éventuelles implications analytiques (et notamment les niveaux de performance exigés) sur la stratégie d'échantillonnage ;
- Constituer à l'échelle nationale une cartographie des laboratoires de routine en mesure d'effectuer une analyse sur ce type de support (incluant une appréciation de la performance de leur méthode en termes de LQ et d'incertitudes – lien avec thème E) ;
- Faire le lien avec les autres thèmes d'Aquaref. Il s'agira notamment sur ce point de synthétiser les besoins et les actions mises en place par Aquaref dans les différents thèmes techniques pour y répondre. Par exemple :
 - Réfléchir aux actions à mettre en place dès 2017 pour améliorer le conditionnement des échantillons de poisson/gammarès, leur stabilité au cours du transport et leur prétraitement au moment de la réception au laboratoire (lien avec thème C) ;
 - Continuer le développement et le transfert des méthodes pour que les laboratoires de routine puissent rapidement disposer de fiches méthodes pour l'ensemble des substances à analyser dans le biote (lien avec thème D) ;
 - Proposer un format de collecte des données homogènes pour toutes les Agences, soit pour les données d'analyse, soit pour les métadonnées à collecter sur le terrain lors des pêches (lien avec thème E) ;
 - Suggérer des pistes d'amélioration de l'échantillonnage de l'AFB bien que des actions de valorisation des échantillons soient déjà disponibles (lien avec thème D) ;
 - Effectuer une veille scientifique sur l'amélioration des méthodes de prélèvement et d'analyse du support biote, avec anticipation de la surveillance pour des substances ayant vocation à devenir des substances prioritaires à suivre dans le biote.

A1k (2016) : Participation à la mission « gouvernance des référentiels et des indicateurs » du GCiB (Irstea, IFREMER)

Le Groupe de Coordination inter-Bassin (GCiB) a constitué en 2015 une mission chargée de définir les éléments de gouvernance à mettre en place pour assurer la gestion et la pérennité des systèmes d'indicateurs biologiques mis en œuvre dans le SIE, et en particulier la maintenance des référentiels qui y sont associés. Ces référentiels constituent un élément-clé pour la cohérence de ces systèmes. Ils permettent la prise en compte des évolutions taxinomiques, qui se répercute en temps réel dans les données recueillies dans les réseaux de surveillance et transmises par les opérateurs, dans les listes de référence utilisées par les méthodes d'évaluation pour calculer les indicateurs qui servent de base à l'évaluation de l'état écologique. Il est donc crucial de maîtriser la gestion de ces référentiels. De même, l'évolution des indicateurs eux-mêmes doit être gérée selon des protocoles qui identifient clairement les réseaux d'experts intervenants, de validation et de décision, afin de conserver la cohérence d'ensemble, la transparence des méthodes d'évaluation ainsi que la constance des résultats obtenus pour assurer la robustesse et la pérennité des méthodes nationales d'évaluation. Aquaref participera à ces travaux de réflexion et de définition des schémas de gouvernance, ainsi qu'aux travaux qui en découleront.

En 2016 :

Une contribution d'Aquaref correspondant à 4 réunions est prévue.

Suite à la réunion de programmation AFB - Aquaref - MNHN du 28/07/15, un 1^{er} planning de travail a été établi :

- Commencer les travaux en priorisant en 2016 les actions sur 2 indicateurs : indicateurs macrophytes pour les eaux de surface continentales et l'indicateur sur les invertébrés benthiques pour les eaux littorales.
 - Organiser des réunions techniques entre le MNHN et Irstea sur le groupe fonctionnel « macrophytes » et en parallèle des réunions entre le MNHN et Ifremer sur le groupe « invertébrés benthiques » pour échanger afin que chaque organisme améliore ses connaissances, comprenne les contraintes, les objectifs, les méthodes de travail de l'autre...
 - Puis planifier des réunions avec l'ensemble des acteurs (groupe à définir : à minima MNHN, Irstea, Ifremer, DEB et AFB) pour proposer une méthode de travail harmonisée, une démarche commune pour la mise à jour des tables de transcodification entre les différents indicateurs et mettre à jour les tables de transcodage pour les indicateurs macrophytes ESC et invertébrés benthiques ELIT.
- L'objectif serait également de mettre en place une méthode de travail harmonisée et reproductible pour l'ensemble des autres indicateurs DCE.

En 2017 : Mise en place de la forge « référentiels et indicateurs »

Fin 2015, la mission mandatée par le GCiB sur la gouvernance des référentiels taxinomiques et des indicateurs a conclu à la nécessité de mettre en place une forge, afin de gérer les référentiels taxinomiques nécessaire au calcul des indicateurs retenus réglementairement pour l'évaluation de l'état des masses d'eau. Cette option a été validée par les instances d'orientation et de décision (GCiB et CoStrat).

A titre de test, cette forge a été mise en place en janvier 2016, pour 3 méthodes. Les experts d'Irstea déjà impliqués dans la réflexion (action A-1.k « mission GETSEE du GCiB » en 2016) assurent en 2016 la mise en place de cet outil et son test pour les méthodes « macrophytes cours d'eau et plans d'eau ».

L'orientation prise pour cet outil va rendre nécessaire un travail identique pour les autres méthodes utilisées par l'évaluation. Les experts d'Irstea assureront donc le transfert dans la forge des référentiels et scripts de calcul qu'ils gèrent actuellement. En 2017, ce travail devrait porter sur la fin de la mise en place des référentiels « macrophytes plans d'eau », et de ceux concernant « les diatomées cours d'eau » et le « phytoplancton ».

Cette action répond donc à l'orientation prise fin 2015 par la DEB. Elle constituera la continuité de l'action précédente de réflexion et de test. Inscrite comme une suite, elle constitue cependant une action nouvelle pour 2017, qui n'était pas programmée (car non encore définie) lors de l'établissement du programme triennal.

En 2018 :

La mise en place de la forge « Taxinomie et bioindication » en janvier 2016, destinée à gérer les référentiels taxinomiques nécessaires au calcul des indicateurs retenus réglementairement pour l'évaluation de l'état des masses d'eau, a nécessité une implication forte des experts Irstea ayant

élaboré les référentiels pour les méthodes d'évaluation. Ce travail a été mené en 2016 et se poursuit en 2017. A la date de mai 2017, il apparaît qu'un accompagnement des Agences de l'eau pour la bancarisation des données dans chaque bassin est nécessaire, ce qui passe en particulier par un travail sur les nouveaux taxons collectés dans les résultats de la surveillance pour les intégrer dans les référentiels. Ce travail constitue une prolongation de celui déjà réalisé par les experts d'Irstea pour la mise en place et le fonctionnement de la Forge. Bien que la forge ait été conçue sur un principe d'implication collective, dans laquelle les actions Irstea s'arrêtaient formellement en 2017, il s'avère nécessaire qu'Irstea poursuive son travail de mise à jour des référentiels encore en 2018, afin d'assurer l'évolution cohérente de ces outils et le passage efficient à la nouvelle structuration, en particulier pour les référentiels « macrophytes », qui doivent intégrer à la fois les données « cours d'eau » et « plans d'eau ».

Une réinscription d'un budget sur cette action A-1.k en 2018 est donc proposée, correspondant à la poursuite de la prise en charge de la majeure partie des référentiels Macrophytes par Irstea, pour leur évolution sur la base des données 2015-2016 et leur mise en cohérence avec le SANDRE.

A1l : Appui aux travaux d'EcoStat GT Nutriments (Irstea)

En 2017 :

La Commission européenne, par l'intermédiaire du steering group EcoStat, a mis en place en 2015 un working group chargé de réfléchir à la pertinence et aux modalités de fixation de seuils pour les nutriments susceptible d'être intégrés dans les critères de classement de l'état écologique des masses d'eau. Pour la France, la participation à ces travaux est assurée par l'AFB (Nolwenn Bougon).

Cette action a pour objectif l'appui ponctuel à ces travaux, en collaboration avec l'AFB, en apportant l'expertise issue de l'ensemble des travaux menés par l'équipe Irstea de Bordeaux sur la réponse des compartiments végétaux (macrophytes et phytobenthos) aux pressions « nutriments », ainsi que celle issue des travaux antérieurs d'intercalibration européenne des méthodes d'évaluation et de réflexion sur la prise en compte des nutriments dans l'état écologique. De même, les hydroécologues d'Irstea apporteront, en appui à ces travaux, les compétences en écologie des cours d'eau et plans d'eau (réseaux trophiques, production primaire, transfert des nutriments dans les hydrosystèmes).

Cette action consistera en relecture et analyse de documents de travail, de discussions et d'avis sur les points abordés par le WG, sous le pilotage de l'AFB.

A2 : Appui aux gestionnaires

A2a (2016-2018) : Appui aux gestionnaires : AE, OE, DEAL, DREAL : réunions Aquaref AE et Aquaref OE (BRGM, LNE, INERIS, Irstea, IFREMER)

AQUAREF organise annuellement une rencontre avec les agences de l'eau pour présenter les principales actions récentes d'Aquaref, discuter avec les agences de leurs difficultés et recueillir les besoins.

En 2016 et si besoin 2017, il est prévu d'organiser des réunions techniques plus spécifiquement dédiées à la surveillance des sédiments.

Cette action A2a inclut également les travaux liés aux demandes d'appuis ponctuels de la part des gestionnaires. Dans ce cadre, Aquaref a mis en place en 2016 des réunions internes régulières permettant de discuter les réponses à ces demandes et d'arriver à une position commune Aquaref.

A2b (2017) : Appui technique aux gestionnaires concernant les performances analytiques pour les substances hors agrément (BRGM, LNE, INERIS, Irstea)

Cette action a pour objectif de définir les niveaux de performance à cibler (limites de quantification) pour des substances ne faisant pas partie de l'avis agrément (substances d'intérêt local par exemple). Elle permet aussi d'expertiser les listes mises en place localement par les gestionnaires du point de vue de la pertinence de la formulation « analytique » des paramètres demandés, des codes utilisés, des risques de contamination, de la stabilité des substances dans les échantillons, ... Une priorité sera donnée aux listes des DOM.

A3 : Éléments d'aide à la décision pour l'élaboration et la mise en œuvre de la politique de surveillance

A3a (2016-2018) : Notes de positions sur des questions récurrentes relatives aux problématiques analytiques et échantillonnage (BRGM, INERIS, LNE, Irstea, IFREMER)

Aquaref propose de rédiger annuellement de courtes notes de « position » ou « d'explications » sur des problématiques récurrentes de la surveillance. Ces notes seraient mises à disposition sur le site Aquaref. Parmi les sujets qui pourraient être abordés : les alkylphénols, les substances énantiomères, les sommes de paramètres (par exemple substances concernées, recommandations analytiques, recommandations sur les LQ, exploitation, bancarisation, rédaction des textes réglementaires, SANDRE, ...), évolution du paramètre DCO.

Le LNE propose en 2017 une note de position sur le tributylétain (TBT) et la famille des organoétains. En 2018, une ou 2 notes de position seront rédigées (sujet non défini à la date de rédaction de cette fiche. Nombre à définir en fonction de l'ampleur des sujets ciblés).

A3b (2017) : Appui aux gestionnaires (AFB, AE, OE, DEAL, DREAL) : Synthèse sur la problématique de la surveillance de certaines classes de paramètres réglementés (BRGM, INERIS)

La famille « dithiocarbamates » est une famille de pesticides incluant des substances actives comme le manèbe, mancozèbe, ziram, ... Ces pesticides sont pour beaucoup toujours autorisés en France. Leur surveillance pose des problèmes analytiques. La conclusion du CEP (Comité d'Experts Priorisation) concernant le ziram est la suivante :

« Fongicide autorisé en France. Fréquence de quantification : 9 % (données AE 2007-2010) avec risque de dépassement de la PNEC ($MEC_{95}/PNEC = 1,9$) identifié sur 4% des sites investigués. Suspect perturbateur endocrinien. En considération de son usage et de la fréquence de quantification > 1% et du risque identifié, le ziram pourrait faire partie de la liste des substances pertinentes à surveiller. Cependant des problèmes analytiques sont identifiés pour cette substance active car les laboratoires ne rendent actuellement qu'un indice global dithiocarbamate qui ne permet pas de quantifier spécifiquement la substance. »

Dans un objectif d'améliorer la surveillance de cette famille de pesticides, Aquaref propose de réaliser une synthèse qui abordera les points suivants :

- liste de composés et caractéristiques physico chimiques
- origine, utilisation
- méthodes d'analyse utilisées, interférences potentielles
- bilan des données dithiocarbamates dans la base ADES
- métabolites et faisabilité d'une surveillance de ces métabolites

Cette synthèse débouchera sur des propositions pour la surveillance.

A3d (2016-2017) : Estimation des tendances dans les sédiments (Irstea, BRGM)

Les travaux entamés en 2014 et 2015 se poursuivront en 2016-2017. En fonction des résultats obtenus en 2015, une étude de cas est envisagée en 2016 à partir de données existantes (carottage et matières en suspension), sur la comparaison entre carottage et sédiments de surface pour l'évaluation des tendances temporelles (pour les métaux, le mercure et des contaminants organiques hydrophobes). Par la suite, afin d'apporter des réponses complémentaires à l'étude de cas de 2016, Aquaref propose la mise en œuvre de carottages et/ou la constitution d'un jeu de données complet sur les sédiments de surface de stations RCS (action en support de l'action A2a).

A4 – Préparation d'un colloque de restitution des résultats d'AQUAREF (BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea, LNE)

Les résultats du programme AQUAREF n'ont pas fait l'objet d'une restitution large public sur l'ensemble des thématiques traitées par le consortium, depuis juin 2013.

Un colloque de restitution des résultats du programme, et plus particulièrement ceux acquis depuis 2013, sera organisé au premier semestre 2018. Cette date correspond aussi aux 10 ans du

programme AQUAREF (1^{er} accord de partenariat en juillet 2007, 1^{er} programme soutenu par l'AFB en 2008).

2017 : préparation du colloque mobilisant les 5 partenaires AQUAREF

Valorisation et transfert

Notes de positions à diffuser sur le site.

2. Travaux antérieurs

Durant les dernières années les principales actions ont été les suivantes :

- Recueillir et hiérarchiser les demandes des gestionnaires de bassin (AE, OE) à travers des rencontres régulières
- Mettre à jour les guides techniques pour les donneurs d'ordre et harmoniser les exigences de performance
- Assister l'AFB pour le déploiement du nouvel agrément des laboratoires
- Réaliser un essai d'intercomparaison sur l'analyse de la chlordécone
- Assister les DOM sur les prélèvements en milieu marin
- Exploiter les résultats de la campagne exceptionnelle « eaux souterraines métropole » du point de vue de la qualité des données et du respect des exigences techniques
- Assister le Ministère pour la mise à jour et la révision des arrêtés Surveillance et Evaluation
- Engager la collaboration avec le COFRAC pour la mise en cohérence des protocoles d'accréditation et des prescriptions de l'arrêté Agrément des laboratoires (méthodes hydrobiologiques)
- Proposer des méthodologies pour l'évaluation des tendances dans les sédiments ainsi que pour estimer le niveau de confiance sur l'indicateur réglementaire de l'état des masses d'eau
- Définir les niveaux de performances pour les substances dites « pertinentes » et principalement issues des campagnes exceptionnelles 2011 et 2012.

3. Jalons, étapes et calendrier

Voir ci-dessous.

4. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Résultats	Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1, T2, T3, T4) et année
2016				
A1a - <i>Participation aux réunions des GT nationaux</i>	Rapport d'activité	BRGM, Irstea	expert	Au fil de l'eau
A1b - <i>Appuis techniques à la DEB pour les textes réglementaires et appuis divers</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau
A1c - <i>Appui technique à la DEB pour l'élaboration de positions françaises au niveau européen</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau

Résultats	Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1, T2, T3, T4) et année
2016				
A1d - <i>Appui technique au MTES pour la gestion du dispositif agrément.</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau
A1e - <i>Appui technique à la préparation, réalisation, exploitation des campagnes exceptionnelles de surveillance des eaux</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau
A1f - Appui technique pour l'élaboration de CDC communs pour la surveillance		BRGM	expert	Au fil de l'eau
A1h - Organisation d'une journée techniques évaluateurs "échantillonnage phytoplancton"		Irstea	expert	T4 2016
A1i - Rapport sur les modalités de contrôle des prestataires de surveillance par les gestionnaires – point d'étape (bilan sur les contrôles réalisés par les Agences)		BRGM	expert	T4 2016
A1j - <i>Actions de coordination des actions AQUAREF concernant la surveillance biote</i>		INERIS	expert	Au fil de l'eau
A1k - <i>Contributions à la mission « Gouvernance des référentiels et des indicateurs GCIB »</i>		Irstea/IFREMER	expert	T4 2016
A2a - Organisation d'une réunion avec les AE et contribution à la préparation du séminaire interDOM		BRGM	expert	T4 2016
A2a - Organisation d'une ou plusieurs réunions techniques avec les gestionnaires sur la surveillance des sédiments		Irstea	expert	T4 2016
A3a - Rédaction d'une ou 2 notes de position Aquaref concernant des problématiques récurrentes de la surveillance	Note	BRGM	expert	T4 2016
A3d - Note d'avancement sur l'évaluation des tendances « Sédiment »	Note	Irstea	expert	T4 2016
2017				
A1a - <i>Participation aux réunions des GT nationaux</i>	Rapport d'activité	BRGM, Irstea	expert	Au fil de l'eau
A1b - <i>Appui technique à la DEB pour les textes réglementaires et appuis divers</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau
A1c - <i>Appui technique à la DEB pour l'élaboration de positions françaises au niveau européen</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau
A1d - <i>Appui technique au MTES pour la gestion du dispositif agrément.</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau

Résultats	Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1, T2, T3, T4) et année
2017				
A1i - Rapport sur les modalités de contrôle des prestataires de surveillance par les gestionnaires	Rapport	BRGM	expert	T4 2017
<i>A1j - Actions de coordination des actions Aquaref concernant la surveillance biote</i>	Rapport d'activité	INERIS	expert	Au fil de l'eau
<i>A1l - Appui travaux ECOSTAT</i>	Rapport d'activité	IRSTEA	expert	Au fil de l'eau
A2a - Organisation d'une réunion avec les AE et contribution à la préparation du séminaire interDOM – Réponses aux demandes d'appui des gestionnaires		BRGM	expert	T4 2017
A2b - Propositions de limites de quantification sur des listes de substances (hors agrément) fournies par les gestionnaires	Note	BRGM	expert	T4 2017
A3a - Rédaction d'une ou 2 notes de position Aquaref concernant des problématiques récurrentes de la surveillance	Note	BRGM	expert	T4 2017
A3b - Recommandations pour la surveillance des dithiocarbamates	Note	BRGM	expert	T4 2017
A3d - Rapport final sur l'évaluation des tendances « Sédiment »	Rapport	Irstea	expert	T4 2017
2018				
<i>A1a - Participation aux réunions des GT nationaux</i>	Rapport d'activité	BRGM, Irstea	expert	Au fil de l'eau
<i>A1b - Appui technique à la DEB pour les textes réglementaires et appuis divers</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau
<i>A1c - Appui technique à la DEB pour l'élaboration de positions françaises au niveau européen</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau
<i>A1d - Appui technique au MTES pour la gestion du dispositif agrément.</i>		BRGM	expert	Au fil de l'eau
<i>A1j - Actions de coordination des actions Aquaref concernant la surveillance biote</i>		INERIS	expert	Au fil de l'eau
<i>A1k - Contributions à la mission « Gouvernance des référentiels et des indicateurs GCIB »</i>		Irstea/IFREMER	expert	T4 2018
<i>A2a - Organisation d'une réunion avec les AE et contribution à la préparation du séminaire interDOM. Réponses aux demandes d'appui des gestionnaires</i>		BRGM	expert	T4 2018
A3a - Rédaction d'une ou 2 notes de position Aquaref concernant des problématiques récurrentes de la surveillance	Notes	BRGM	expert	T4 2018

* novice, avertis, expert

5. Perspectives de l'action (le cas échéant)

Action pérenne.

6. Gouvernance

Les actions d'appui aux pouvoirs publics et aux donneurs d'ordre dans le cadre du thème A sont réalisées en étroite collaboration avec le MTES, l'AFB, et les agences de l'eau.

THÈME B

Mettre en oeuvre les méthodes de bioindication

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Mettre en œuvre les méthodes de bioindication dans la surveillance et l'évaluation
Action n° Programmation AFB	Aquaref Thème B
Contexte de l'action	Assurer le développement des méthodes biologiques requises par la DCE et leur transfert aux opérateurs de la surveillance et de l'évaluation, dans le programme et le planning de mise en œuvre de la DCE en France, définis par les pouvoirs publics.
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	Compléter les outils de bioindication utilisés en évaluation par l'intégration des incertitudes. Participer à la mise en œuvre des programmes de formation des opérateurs et des processus de qualité des données.
Résumé de l'action au titre de la convention 2016-2018	Le thème se compose de la coordination et de trois ensembles d'actions : B0 - Coordination du thème B1 – Incertitudes • B1.1 : Intégration des incertitudes dans les règles d'évaluation de l'état écologique pour la méthode Diatomées en cours d'eau (Irstea, 2016) • B1.2 : Intégration des incertitudes dans les règles d'évaluation de l'état écologique pour la méthode Macrophytes en cours d'eau (Irstea, 2016) • B1.3 : Participation au GT incertitudes (Irstea, Ifremer, LNE, 2016-2018) • B1.4 : Incertitude méthodologique « indicateur poissons en lacs » (Irstea, 2017-2018) • B1.5 : Incertitudes des méthodes d'évaluation « eaux littorales » : utilisation de modèles linéaires dynamiques pour l'évaluation des incertitudes (Ifremer, 2017) • B1.6 : Opérationnalisation des indicateurs physicochimiques généraux plans d'eau (Irstea, 2017) B2 – Recommandations techniques B1.2 - Protocole de suivi surfacique des herbiers de zostère : Guide méthodologique (IFREMER, 2018) B3 – Formations et outils • B3.1 : Formation Macrophytes Plans d'eau (Irstea, 2016-2018) • B3.2 : Formation Macrophytes Cours d'eau (Irstea, 2016-2018) • B3.3 : Formation Phytoplancton Plans d'eau (Irstea, 2016-2018) • B3.4 : Formation Phytobenthos Plans d'eau (Irstea, 2016-2018) • B3.5 : EIL <i>Zostera noltei</i>, EIL <i>Zostera marina</i>, Formation <i>Zostera noltei</i> (IFREMER, LNE), respectivement en 2016, 2017 et 2018 • B3.6 : EIL phytoplancton marin (IFREMER, 2017-2018) • B3.7 : Incertitude méthode IPLAC : phase préliminaire (Irstea 2018)

Acteurs	Responsables Opérateurs :		
	IFREMER	B. Andral	
	Irstea	C. Chauvin (pilote de thème)	
	LNE	B. Lalère	
	Autres correspondants Opérateur :		
	IFREMER	D. Soudant, I. Auby, H. Oger-Jeanneret	
	Irstea	J. Rosebery, F. Delmas, S. Boutry, C. Laplace-Treyture, S. Morin, C. Argillier	
	LNE	S. Lardy-Fontan, N. Guigues	
	Correspondants AFB		Y. Reyjol, J-M. Baudoin, A. Giry
	Autres correspondants : AFB		PA. Danis
Autres correspondants : DEB		C-C. Garnier, M. le Loarer	
Date de rédaction de la fiche	19 décembre 2017	Version	VF

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Périmètre et finalité de l'action

Plusieurs types de travaux sont compris dans le thème B et répondent à différents besoins :

- Assurer l'exploitabilité des données bancarisées.
- Améliorer et harmoniser les pratiques des opérateurs.
- Former les opérateurs.
- Assurer la cohérence entre le développement des méthodes et les référentiels techniques.

Ainsi, les principales actions viseront à :

- 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. L'objectif étant de mieux connaître l'incertitude de mesure et la variabilité des données de surveillance et d'intégrer les incertitudes méthodologiques dans les règles d'évaluation de l'état écologique.
- Encadrer la mise en œuvre des protocoles d'acquisition de données par les opérateurs afin de garantir une qualité de données homogène. Il s'agit d'appuyer les donneurs d'ordres et les gestionnaires dans leur politique de mise en place de formations techniques pour la surveillance et d'élaborer et de diffuser des référentiels techniques de méthodes de surveillance hydrobiologique.

Ces actions seront principalement destinées aux gestionnaires (Agences de l'eau, DEB) et aux opérateurs (bureaux d'étude, DREAL, laboratoires) de la surveillance.

B0 - Pilotage du thème (Irstea)

L'action consiste en la programmation, la coordination, le suivi et la valorisation des actions du thème.

B1 – Incertitudes

B1.1 : Intégration des incertitudes dans les règles d'évaluation de l'état écologique pour la méthode Diatomées en cours d'eau (Irstea, 2016)

Le programme Incertitude IBD 2013-2015, principalement centré sur une acquisition de données par 3 opérateurs différents, était destiné à évaluer **l'incertitude de l'IBD au relevé lié à l'effet inter-opérateur**. Il devrait se conclure principalement par l'estimation de l'incertitude sur la note individuelle d'IBD au relevé, liée à l'effet-opérateur global.

Un autre objectif qui participe à l'incertitude d'évaluation d'état sur un site ou un tronçon donné de cours d'eau est l'évaluation de la **variation inter-annuelle de la note d'IBD liée à la variabilité des conditions naturelles**. S'appuyant sur un assortiment de sites des réseaux nationaux sélectionnés pour présenter des conditions de pression et d'hydrochimie stables dans le temps. Il nécessite un requêtage sur Pandore suivi d'un important post-traitement de données, notamment des données hydrochimiques, avant la réalisation des analyses de variabilité naturelle des notes. Concernant ce 2^{ème} item, le travail réalisé en 2015 fera état des pistes envisagées pour résoudre cet aspect.

L'action proposée en 2016 vise donc :

- A achever l'étude d'incertitude attachée au relevé individuel par l'estimation finale de la **part de variabilité de la note d'IBD liée à la variabilité des conditions naturelles** (données large échelle des réseaux de surveillance),

- A propager l'incertitude estimée au relevé diatomique (effet sur la note d'IBD 2007) jusqu'à **l'incertitude d'évaluation de l'Etat Ecologique au site** après intégration triennale des données de relevés diatomiques, selon les modalités d'application telles qu'édictees dans le nouvel Arrêté d'Evaluation 2015.

Une action spécifique est proposée en 2018, visant à assurer l'appui à l'implémentation de ces notions dans les opérations d'évaluation et l'ajustement de ces règles, le cas échéant, pour les outils élaborés pour la méthode Diatomées en cours d'eau.

B1.2 : Intégration des incertitudes dans les règles d'évaluation de l'état écologique pour la méthode Macrophytes en cours d'eau (Irstea, 2017-2018)

Le programme suivi en 2013-2016 doit fournir une estimation des principales sources d'incertitude méthodologique liées au protocole décrit dans la norme « IBMR » d'octobre 2003 et la méthode d'évaluation de l'état écologique sur la base de cet EQB. Les étapes examinées, sur lesquelles portent les évaluations expérimentales, concernent les phases de terrain et de détermination taxinomique. C'est donc l'incertitude sur le résultat constitué par la liste floristique et les abondances taxinomiques, qui sera documentée, ainsi que l'effet de la propagation des erreurs d'identification taxinomique dans les résultats hydrobiologiques et quelques métriques caractéristiques (dont l'IBMR). L'étape suivante doit permettre d'utiliser ces résultats dans le système d'évaluation d'état, en proposant un mode d'intégration, en fonction de la typologie des cours d'eau et des autres facteurs principaux qui auront été identifiés lors de la phase d'étude menée en 2015. Ce programme a été déplanifié sur 2017 et 2018.

L'action complémentaire proposée en 2018 visera un ajustement de l'implémentation de l'incertitude dans les règles d'évaluation et un appui aux gestionnaires (Agences de l'eau) pour son utilisation.

B1.3 : Participation au GT incertitudes (Irstea, IFREMER, LNE, 2016-2018)

Le groupe de travail national « Incertitudes » permet de coordonner les différents travaux réalisés dans le cadre du programme Aquaref pour l'évaluation des incertitudes sur les méthodes hydrobiologiques DCE. Chaque année, deux réunions sont prévues afin de discuter et échanger sur les méthodes employées pour estimer les incertitudes, les résultats obtenus et les études encore à mettre en place dans cet objectif.

B1.4 – Incertitudes méthodologiques « poissons en lacs » (Irstea, 2017-2018)

Cette action s'inscrit dans la continuité des travaux sur le développement des indicateurs de l'état écologique des systèmes lacustres et des incertitudes associées. Elle comporte deux axes d'étude :

B1.4a Incertitude associée à la période d'échantillonnage

La période d'échantillonnage de l'ichtyofaune, bien que normalisée par le protocole CEN, fait apparaître une forte variabilité dans les abondances de jeunes poissons capturés. Ces abondances peuvent induire, sur certains systèmes, une forte variabilité. Les analyses des données actuelles mettent en évidence des différences d'abondances de certaines espèces, dans leur phase juvénile, assez importantes selon la période d'échantillonnage. En effet, lorsque l'échantillonnage est réalisé en début d'été, les juvéniles sont rarement capturés dans les filets maillant et inversement lors des échantillonnages à l'automne. Nous proposons ici d'analyser l'impact de cette variable temporelle sur les communautés de poissons et les conséquences potentielles sur dans le calcul des métriques et indices qui en résultent.

B1.4b Biais associés à la non prise en compte des interactions de pressions dans le développement des indicateurs.

Les travaux réalisés récemment sur les mesures de l'impact de combinaisons de pressions sur les communautés biologiques mettent fréquemment en évidence un effet non additif des pressions multiples qui s'exercent sur les systèmes. Parallèlement, les indicateurs poissons ont été développés pour répondre à l'eutrophisation des systèmes, sans tenir compte d'interactions éventuelles entre l'eutrophisation, l'altération de l'hydromorphologie et l'importance des espèces introduites alors que

ces facteurs de stress sont souvent co-occurents dans les plans d'eau. Nous proposons ici d'analyser l'effet de ces interactions sur les indices poissons lacs et retenues et les métriques constitutives de ces indices. L'objectif est de détecter des sources d'incertitudes voire de biais éventuels dans les relations pressions/impacts qui ont servi de base au développement de ces indicateurs et qui pourraient biaiser les diagnostics écologiques.

B1.5 – Incertitudes des méthodes d'évaluation « eaux littorales » : utilisation de modèles linéaires dynamiques pour l'évaluation des incertitudes (IFREMER 2017-2018)

Chlorophylle a (2017) :

Dans le cadre de l'analyse structurelle d'une série temporelle à l'aide d'un modèle dynamique linéaire, une variance dite d'observation est estimée. Il est d'usage de considérer que cette variance recouvre toute la variabilité depuis l'échantillonnage jusqu'à la saisie, y compris la variabilité environnementale à laquelle s'ajoute la variabilité qui pourrait être expliquée par des facteurs non pris en compte par le modèle. En particulier, les séries temporelles sont affectées par des changements environnementaux et des changements liés à l'observation (changement de méthodes ou d'analystes par exemple). L'identité entre variances d'observation et incertitudes de mesure est d'autant plus légitime que les seconds seront identifiés et pris en compte dans le modèle. Il faut donc pouvoir discriminer ces deux sources de variabilités. Les modèles linéaires dynamiques permettent aujourd'hui de suggérer et prendre en compte des chocs structurels et des valeurs exceptionnelles (outliers) dans les séries temporelles. Ces suggestions doivent être infirmées ou confirmées par les experts thématiques et des analystes.

Une première application de l'approche a été réalisée pour la chlorophylle a et l'abondance phytoplanctonique aux lieux de surveillance REPHY « Arcachon-Bouée- 7 » et « Teychan bis ». Les résultats montrent que pour la chlorophylle a, la variabilité d'observation est responsable de l'ordre de 80 % de la variabilité totale. Pour l'abondance phytoplanctonique, elle est également de 80 % à « Arcachon-Bouée 7 » mais de l'ordre de 70 % à « Teychan bis ». Ainsi la part de « bruit » est liée au lieu et au paramètre considéré. Exprimée en pourcentage de la médiane de la chlorophylle a, la variance d'observation place les bornes de l'intervalle de confiance à 95 % des observations à des valeurs de l'ordre de -40 % et +120 % de la médiane, l'intervalle étant sous-estimé car ne prenant pas en compte la variabilité structurelle. Pour l'abondance phytoplanctonique en log 10 cell./L, les ordres de grandeur correspondant en pourcentage de la moyenne sont de ± 13.5 %. Pour les deux paramètres, ces valeurs sont compatibles avec l'expérience des experts. Ainsi, l'approche mise en œuvre s'est avérée riche d'enseignements en matière d'incertitude de mesure et les nombreuses améliorations méthodologiques envisagées ouvrent des perspectives fécondes à tout point de vue.

L'objectif de l'action proposée consiste à prolonger les analyses sur les paramètres température, turbidité, matière en suspension, concentration en oxygène dissous et nutriments.

Invertébrés benthiques- M-AMBI (2018) :

Sur la base des résultats obtenus en 2015-2016 (Brun M.,2016), concernant la confiance et la précision de l'indicateur M-AMBI et du biais induit par la métrique « Richesse » lors de l'utilisation de la méthode bootstrap, une revue méthodologique sera réalisée pour évaluer la pertinence de méthodes alternatives au bootstrap pour estimer la confiance et la précision de l'indicateur.

B1.6 – Opérationnalisation des indicateurs physico-chimiques généraux Plans d'eau (Irstea, 2017-2018)

Pour les plans d'eau, les indicateurs pour les paramètres physico-chimiques généraux soutenant la biologie ainsi que leur valeurs-seuils dans le SEQ-Eau n'ont pas été construits pour "soutenir explicitement la biologie", et ne sont pas explicitement adaptés selon les types de plans d'eau ni selon les Contraintes Techniques Obligatoires. La mise à jour de ces indicateurs et valeurs-seuils est indispensable pour répondre aux impératifs de la DCE et aux besoins des opérationnels de disposer de valeurs-seuils adaptées à la variabilité naturelle observée des paramètres physico-chimiques dans les écosystèmes. La quantification des incertitudes associées est aussi indispensable pour aider les gestionnaires à relativiser l'interprétation des évaluations données par les indicateurs et aider leur prise en compte dans la construction des programmes de mesures.

En 2016 seront finalisés les nouveaux indicateurs physico-chimiques généraux soutenant la biologie

pour les nutriments et la transparence en cohérence avec les réponses écologiques des compartiments biologiques phytoplancton, poissons et macrophytes (cf travaux du Pôle AFB-Irstea d'Aix-en-Provence entre 2014 et 2016).

Pour 2017 et 2018, il devient indispensable d'opérationnaliser ces nouveaux indicateurs et cette opérationnalisation nécessitera, pour être efficace, 4 étapes proposées dans le cadre de cette action :

- comparer les seuils de réponses des caractéristiques des compartiments biologiques aux différents paramètres physico-chimiques généraux soutenant la biologie (principalement transparence et nutriments) avec les conditions de références par type de plans d'eau ;
- relativiser la représentativité des données discrètes de suivi et leur pertinence dans une évaluation sur un plan de gestion sur la base des caractéristiques (moyenne ou exceptionnelle) des conditions hydro-climatiques (température de l'air, vent, précipitation, débit entrant, niveau d'eau) lors des campagnes d'échantillonnages par rapport aux conditions moyennes sur un plan de gestion ;
- relativiser la représentativité des données discrètes de suivi vis-à-vis de l'ensemble d'une masse d'eau sur la base des données satellitaires de transparence ;
- analyser la cohérence de ces nouveaux indicateurs avec les indicateurs dans les cours d'eau, en particulier pour les plans d'eau à court temps de séjour (i.e. < 30 jours).

B1.7 – Incertitude méthode IPLAC : phase préliminaire (Irstea 2018)

L'Indice Phytoplancton Lacustre – IPLAC – a été finalisé en 2012 et publié courant 2016 (Laplace-Treytore et Feret, 2016). Il est, alors, un des indices qui doit s'appliquer à l'ensemble des plans d'eau de la métropole concernés par la DCE (arrêté évaluation du 27 juillet 2015).

Le calcul de l'indice IPLAC pour un plan d'eau donné repose sur 3 campagnes de prélèvements positionnées sur les trois saisons : printemps, été et automne. Cependant les communautés algales sont connues pour présenter une certaine variabilité temporelle. On peut se demander dans quelle mesure le déplacement d'une ou plusieurs des campagnes dans les périodes de temps requises aurait pu influencer le résultat de l'indice et donc l'évaluation de l'état écologique du plan d'eau. Le changement de résultat de l'indice entraîne-t-il un passage du plan d'eau d'un état à un autre (de bon à moyen par exemple) ? Ce qui peut avoir des conséquences importantes en termes de gestion et de suivi de la masse d'eau.

Le fait de disposer de chroniques mensuelles (fréquence supérieure à celle requise par le protocole de surveillance DCE) sur certains sites et sur plusieurs années doit permettre d'avoir une vision plus robuste de l'état écologique du plan d'eau basée sur la communauté phytoplanctonique. Ces jeux de données peuvent alors servir de jeu de test de toutes les combinaisons de campagnes possibles pour en mesurer l'impact sur l'évaluation et la corrélation avec les teneurs en phosphore (proxy de la pression anthropique utilisé dans le développement de l'indice). Une part de l'incertitude de la mesure de l'indice pourrait ainsi être évaluée.

Cette action se propose d'utiliser le jeu de données phytoplanctoniques des quatre grands plans d'eau aquitains (Hourtin-Carcans, Lacanau, Cazaux-Sanguinet et Parentis-Biscarrosse) dont dispose Irstea sur les années 2010 à 2016. Cela permettra de réaliser des tests préliminaires de variabilité, robustesse de l'indice sur ces quatre plans d'eau. Ceci constituera une première approche de l'incertitude associée à la méthode IPLAC. Ce travail fera l'objet d'un rapport reprenant l'ensemble des analyses réalisées.

B2 – Recommandations techniques

Ce thème fait l'objet de l'ajout d'une action pour l'année 2018.

B2.1 Cadrage du protocole de suivi surfacique des herbiers de zostère : Guide méthodologique (IFREMER, 2018)

En France, Il apparaît aujourd'hui un besoin de disposer d'information surfacique standardisée à l'échelle des masses d'eau métropolitaines afin de renseigner la métrique extension de l'indicateur

angiospermes. L'imagerie est un outil adapté pour y parvenir.

L'Ifremer dispose d'un jeu de données multicateurs sur la masse d'eau Golfe du Morbihan qu'il serait intéressant de comparer. La présente étude propose une étude comparative de la capacité technique et économique de l'outil imagerie (optique et acoustique) à produire des informations sur la métrique « l'extension de l'herbier »

Cette étape apparaît indispensable pour guider les choix technologiques relatifs aux prochaines cartographies en fonction de la configuration des sites d'étude, et ceci dans un cadre opérationnel.

Il est prévu d'examiner la faisabilité d'extraction des paramètres suivants :

- o l'enveloppe globale qui renseigne sur l'extension de l'herbier,
- o la superficie réelle correspond à la superficie réellement occupée par l'herbier au sein de l'enveloppe en tenant compte du degré de fragmentation et du taux de recouvrement des herbiers,
- o la limite inférieure, essentielle car il s'agit d'un indicateur de turbidité.

L'objectif final est de proposer un guide de cadrage méthodologique permettant d'établir un cahier de charge pour une collecte standardisée et une stratégie nationale pour les herbiers de zostères (*Z. marina* et *Z. Noltei*).

Les principales étapes concernent :

- o Le cadrage des besoins pour la mise en œuvre de la DCE
- o La finalisation des traitements de données disponibles sur le site pilote
- o L'analyse comparative des différents résultats issus des différents capteurs
- o La rédaction d'un guide méthodologique

B3 – Formations

Le public visé par ces formations concerne principalement les opérateurs des réseaux de surveillance (bureaux d'étude prestataires, hydrobiologistes des DREAL) et les agents susceptibles d'appliquer les méthodes d'échantillonnage et d'évaluation hydrobiologique (police de l'eau, en particulier agents AFB) Il comprend également les organismes donneurs d'ordre gestionnaires des programmes de surveillance (Agences de l'eau).

B3.1 : Formation Macrophytes Plans d'eau (Irstea, 2016-2018)

La formation des opérateurs sur la méthode d'acquisition de données et d'évaluation de l'état écologique basé sur l'EQB Macrophytes en plans d'eau (norme XP T90-328 et IBML) est mise en place par l'Agrocampus Ouest de Rennes en 2016. Les ingénieurs et scientifiques d'Irstea, à l'origine de cette méthode, assureront une participation active à la mise en œuvre de cette formation : élaboration du contenu, préparation des supports de formation, intervention durant la session de juin 2016 (terrain, cours, TD). Cette formation est prévue sur les 2 années 2016-2017.

En 2018, une implication renforcée des ingénieurs d'Irstea permettra de répondre à la demande qui est ressortie des premières sessions, en répartissant mieux les compétences en fonction de l'expertise des intervenants et en renforçant l'encadrement de la session de terrain.

B3.2 : Formation Macrophytes Cours d'eau (Irstea, 2016-2018)

Participation et encadrement de deux formations organisées à l'Agrocampus Ouest de Rennes et AFB Centre du Paraclet chaque année : stages de formation professionnelle « méthode IBMR » (deux sessions par an) et « perfectionnement à la détermination des algues d'eau douce » (une session par an).

B3.3 : Formation Phytoplancton Plans d'eau (Irstea, 2016-2018)

Le phytoplancton est un élément biologique requis par la Directive Cadre Européenne sur l'Eau pour l'évaluation de l'état écologique des plans d'eau. Maintenant que l'indice IPLAC est finalisé il est

nécessaire de prévoir une formation sur les modalités de sa mise en œuvre afin d'homogénéiser les pratiques.

L'objectif de l'action est alors de concevoir et de proposer une formation complète permettant de former les stagiaires à la connaissance, aux prélèvements et à la systématique du phytoplancton mais aussi à son utilisation comme bioindicateur. Les aspects liés à l'utilisation du logiciel Phytobs et au calcul de l'IPLAC seront présentés en détail. La phase d'échantillonnage sera traitée lors d'une sortie terrain et le cadre interprétatif de l'indice sera présenté lors de cas concrets. Cette formation se tiendra à l'INRA de Thonon-Les-Bains, UMR CARTETEL qui se trouve au bord du lac Léman et est destinée à toute personne sensibilisée à l'hydrobiologie et impliquée dans la mise en œuvre de la DCE en plan d'eau.

B3.4 : Formation Phytobenthos Plans d'eau (Irstea, 2016-2018)

Le phytobenthos est l'un des éléments de qualité biologique retenu par la DCE pour évaluer l'état écologique des plans d'eau mais, à ce jour, il n'existe pas de méthode française dédiée. Dans un premier temps et pour pallier ce manque, une méthodologie d'échantillonnage a été proposée en 2010 (Morin et al, 2010), et testée sur quelques plans d'eau du bassin Rhône-Méditerranée et Corse en 2011. Aujourd'hui, ce protocole doit être appliqué à l'échelle nationale, afin d'acquérir les données nécessaires au développement de l'indice phytobenthos (développement prévu dans le cadre de la programmation AFB-Irstea 2016-2018). Dans l'objectif de mener à bien les campagnes d'échantillonnage prévues de 2015 à 2017, il est proposé une formation en collaboration avec l'AgroCampus de Rennes, formation destinée aux agents de DREAL, bureaux d'études et Agences de l'Eau.

B3.5 : EIL et Formation en eaux littorales (IFREMER, LNE 2016-2018)

Ce travail est prévu sur 3 ans.

En octobre 2016, le Laboratoire Environnement Ressources Arcachon (Ifremer/LERAR) a organisé les premiers essais inter laboratoires (EIL) sur l'échantillonnage des herbiers de zostères naines, *Zostera noltei*, selon le protocole mis en œuvre pour la DCE. Ces essais, organisés avec l'aide du Laboratoire National de Référence ont réuni une vingtaine de participants de plusieurs organismes (Ifremer, Universités, CNRS, MNHN, Parc Naturel du Golfe du Morbihan, GEMEL Normandie).

En juin 2017, sur la base du retour d'expérience de l'année précédente, le laboratoire IUEM/LEMAR a organisé à Brest les EIL sur l'échantillonnage des herbiers de grande zostère *Zostera marina*, regroupant également une vingtaine de personnes, toujours avec le soutien du LNE.

L'objectif de ces essais est d'évaluer les pratiques des différents opérateurs de la DCE, sur le terrain comme en laboratoire, afin d'aboutir fin 2018 à la publication d'une méthode normalisée pour l'échantillonnage des herbiers de zostères sur les côtes françaises de Manche Atlantique. Une réunion finale de projet, qui rassemblera tous les participants, se tiendra au 1^{er} semestre 2018. Elle permettra de valider le bilan des EIL 2016 et 2017 et de proposer des améliorations du protocole en vue de la publication de la méthode normalisée.

B3.6 – EIL Phytoplancton marin (IFREMER, 2017-2018)

L'Ifremer souhaite reconduire une action EIL phytoplancton initiée en 2015 avec une prise en charge par Aquaref des inscriptions à l'exercice d'intercalibration international BEQUALM et du temps agent nécessaire à la coordination, l'analyse des résultats et statistiques, la production des graphiques et la rédaction du rapport.

Il s'agit de pérenniser la participation de l'ensemble des opérateurs du réseau de surveillance du phytoplancton à cet exercice sur une période de 3 ans à partir de 2017.

Communication

Valorisation et transfert

Différents types de valorisation et/ou de transfert sont envisagés pour les actions de ce thème B :

- Réunion de restitution des études incertitudes Diatomées et Macrophytes auprès des Agences de l'eau, DREAL et bureaux d'étude participants (B1.1 et B1.2).
- Séminaire Aquaref : présentation des travaux sur les incertitudes et les essais interlaboratoires (B1.1, B1.2, B3.5).
- Formations dispensées auprès des opérateurs de mesures hydrobiologiques et aux gestionnaires de la surveillance (B3.1, B3.2, B3.3, B3.4, B3.5).

2. Travaux antérieurs

Au cours du programme trisannuel précédent (2013-2015), différentes tâches ont été réalisées :

- L'étude des incertitudes et variabilités des données et indices liées à l'application des protocoles d'acquisition de données « diatomées en cours d'eau » et « macrophytes en cours d'eau ».
- L'analyse des incertitudes associées aux paramètres physico-chimiques et aux indices poissons en plans d'eau (modèles développés pour construire les indicateurs).
- La poursuite de la rédaction du guide méthodologique « eaux littorales » comprenant une description des méthodes « macro-algues en Méditerranée », « angiospermes en Méditerranée », « macrophytes en lagunes », et « invertébrés benthiques de substrat meuble en masses d'eau côtières ».
- Une réflexion sur les besoins, la conception, la typologie et le contenu des formations, puis la participation à l'élaboration de référentiels de formation (chantier piloté par l'AFB).
- La réalisation ou participation à différentes formations à destination des opérateurs de la surveillance.
- La réalisation d'EIL exploratoires ou ring tests sur différentes méthodes en eaux littorales (macro-algues subtidales, invertébrés de substrat meuble et phytoplancton marin).
- Une maintenance en continu des documents d'encadrement pour l'application des méthodes hydrobiologiques.

3. Jalons, étapes et calendrier

La majorité des actions sont programmées uniquement pour l'année 2016 ou avec un contenu similaire sur les trois années du programme. Quelques actions évoluent cependant au cours des années 2016 à 2018 :

Action B3.5 :

2016 : EIL sur *Zostera noltei*

2017 : EIL sur *Zostera marina*

2018 : Formation sur *Zostera noltei*

Plusieurs actions ont été inscrites en 2017, et doivent s'étendre sur les deux années 2017-2018 :

Action B1.4 :

Travaux sur les incertitudes « poissons plans d'eau ».

4. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Résultats prévus		Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1, T2, T3, T4) et année
2016				
B1.1 -	Rapport final d'étude des incertitudes Diatomées en cours d'eau	Irstea	Expert	T4 2016
B1.2 -	Rapport d'avancement « Incertitudes Macrophytes en cours d'eau et intégration dans les REEE »	Irstea	Expert	T4 2016
B3.5 -	Note sur la mise en œuvre de l'EIL <i>Zostera noltei</i>	IFREMER	Expert	T4 2016
B3.1, B3.2, B3.3, B3.4 -	Compte-rendu d'activité des actions de formations	Irstea	Averti	T4 2016
2017				
B1.2 -	Rapport final « Incertitudes Macrophytes en cours d'eau »	Irstea	Expert	T4 2017
B1.4a -	Rapport d'avancement. Incertitudes méthodologiques « poissons en lacs » -Echantillonnage	Irstea	expert	T4 2017
B1.4b -	Rapport d'avancement. Incertitudes méthodologiques « poissons en lacs » -Biais interactions pressions	Irstea	expert	T4 2017
B1.5 -	Incertitudes : modèles linéaires dynamiques (temp., turbidité, OD, NID) (rapport)	IFREMER	expert	T4 2017
B3.5 -	Note sur la mise en œuvre de l'EIL <i>Zostera marina</i>	IFREMER	expert	T4 2017
B3.6 -	Note sur la mise en œuvre de l'EIL Phytoplancton marin	IFREMER	expert	T4 2017
B3.1, B3.2, B3.3, B3.4 -	Compte-rendu d'activité des actions de formations	Irstea	Averti	T4 2017
2018				
B1.1 -	Note méthodologique sur l'intégration dans les REE des incertitudes Diatomées en cours d'eau	Irstea	expert	T3 2018
B1.2 -	Note méthodologique sur l'intégration dans les REE des incertitudes Macrophytes en cours	Irstea	expert	T3 2018
B1.4a -	Rapport final. Incertitudes méthodologiques « poissons en lacs » -Echantillonnage	Irstea	expert	T4 2018
B1.4b -	Rapport final. Incertitudes méthodologiques « poissons en lacs » -Biais interactions pressions	Irstea	expert	T4 2018
B1.5	Incertitudes : modèles linéaires dynamiques (méthode M-AMBI) (rapport)	IFREMER	expert	T4 2018
B1.6 -	Production et transfert des fiches synthétiques "Physico-chimie Plan d'Eau" (fiches + rapport)	Irstea	averti	T4 2018
B1.7	Rapport Première approche des incertitudes méthodologiques sur l'évaluation de l'état écologique des plans d'eau par IPLAC	Irstea	expert	T2 2018
B2.1	guide de cadrage méthodologique « évaluation surfacique des herbiers de zostères »	IFREMER	averti	T5 2018
B3.1, B3.2, B3.3, B3.4, B3.5 -	Compte-rendu d'activité des actions de formations	Irstea	averti	T4 2018

* novice, averti, expert

5. Perspectives de l'action (le cas échéant)

6. Gouvernance

THÈME C

Améliorer les opérations d'échantillonnage

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Améliorer les opérations d'échantillonnage
Action n°	Aquaref Thème C
Programmation AFB	
Contexte de l'action	A l'inverse des activités de laboratoire, les activités d'échantillonnage bénéficient peu, pour l'instant, d'outils de contrôle et d'assurance qualité permettant de disposer de données quantitatives objectives nécessaires pour améliorer les pratiques et connaître la fiabilité des données (essais interlaboratoires, contrôles qualité, ...). Par ailleurs, l'impact des opérations d'échantillonnage sur la qualité des données ainsi que leur incertitude ne sont pas ou peu connus. Aquaref propose dans le cadre de cette fiche de mener des actions méthodologiques visant à mieux connaître l'impact des opérations d'échantillonnage sur les données. Les résultats de ces études méthodologiques seront utilisés pour mettre à jour les guides techniques Aquaref. Enfin, il est proposé de contribuer à la mise en place de bonnes pratiques d'échantillonnage à travers la mise en place de formation et de vérifier l'application concrète des guides techniques dans les programmes de surveillance en collaboration avec les agences de l'eau.
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	Améliorer la connaissance de l'influence du prélèvement sur la qualité des résultats de mesure et en déduire des préconisations concernant l'harmonisation et l'amélioration des conditions de prélèvement. Contribuer à l'amélioration des pratiques d'échantillonnage.
Résumé de l'action au titre de la convention 2016-2018	Le thème se décompose en 3 actions : C0 - Pilotage du thème (BRGM) : 2016-2018 • Programmation, suivi, valorisation des actions du thème C1 - Étude, diagnostic et développement de protocole • C1a (2016-2018) : Veille et acquisition de connaissances concernant les risques de contamination des échantillons lors des opérations d'échantillonnage (impact matériel/opérateur) : - C1a1 (2016-2018) : études méthodologiques (INERIS, BRGM) - C1a2 (2016) : synthèse opérationnelle à destination des gestionnaires (BRGM, INERIS, Irstea) • C1b (2016-2018) : Études de stabilité sur les substances pour lesquelles les données sont insuffisantes en appliquant le document Aquaref stabilité (BRGM, INERIS, LNE, Irstea) • C1c (2016) : Synthèse et valorisation de l'action d'estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage menée sur le bassin Artois-Picardie en 2013-2015 (LNE, INERIS, BRGM) • C1d (2016-2018) : Incertitudes et contrôle qualité échantillonnage Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage : application de la méthodologie 2013-2015 développée en AEAP à un autre milieu (ESO) ou avec un autre bassin (LNE, BRGM, INERIS) • C1e (2017-2018) : Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage en eau souterraine : étude d'éventuelles stratifications verticales par diagraphie (BRGM) C2 - Révision des guides techniques • C2a1 (2016-2018) : Guides techniques échantillonnage milieu – matrices eau et sédiment (INERIS, BRGM, Irstea, LNE)

- C2a2 (2017-2018) : Guide technique échantillonnage milieu - matrice biote (**INERIS**, Irstea)
- C2b (2017) : Guides techniques échantillonnage rejets canalisés (**INERIS**, LNE, Irstea)
- C2c (2017-2018) : Veille et mise à jour de la liste de substances nécessitant une analyse rapide après échantillonnage (**BRGM**, **INERIS**, Irstea)
- C2d (2017) : Guide de bonnes pratiques pour fiabiliser les données obtenues par des dispositifs de mesure en continu et portable (**LNE**, **INERIS**, Irstea)

C3 - Mise en œuvre et évaluation

- C3a (2016-2018) : Essais intercomparaison échantillonnage et mesures sur site en eau de surface continentale (**INERIS**, LNE, BRGM, Irstea)
- C3b (2016-2018) : Essais intercomparaison mesure in situ en milieu marin (**IFREMER**, LNE, **INERIS** en 2018)
- C3c (2016-2018) : Améliorer le transfert des méthodes par des rencontres avec les opérateurs de terrain (**INERIS**, **BRGM**, LNE, Irstea)
- C3d (2016) : Appui à la réflexion sur la mise en place de formation échantillonnage (**INERIS**, BRGM, Irstea)
- C3e (2016-2018) : Visites sur site auprès des prestataires d'échantillonnage des agences de l'eau (**BRGM**, **INERIS**, Irstea)
- C3f (2017) : Outil de communication sur l'échantillonnage (flyer) (**BRGM**, **INERIS**, Irstea, LNE)
- C3g (2016) : Préleveurs automatisés (**INERIS**, LNE) : Adéquation des recommandations techniques françaises aux exigences de la norme NF EN 16479-1.
- C3h (2018) : Journées de sensibilisation "échantillonnage eaux résiduaires" dans les DOM (**INERIS**)

Acteurs

Responsable Opérateur :

BRGM	J-P. Ghestem (pilote de thème)
IFREMER	F. Salvetat
INERIS	B. Lepot
Irstea	M. Coquery, A Yari
LNE	N. Guigues

Autres correspondants Opérateur :

BRGM	P. Moreau, F. Gal
IFREMER	B. Andral
INERIS	C. Ferret, N. Marescaux
Irstea	A. Dabrin, C. Margoum
LNE	S. Lardy-Fontan

Correspondant AFB : S. Lorient

Date de rédaction de la fiche	19/12/ 2017	Version	VF
--------------------------------------	-------------	----------------	----

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Périmètre et finalité de l'action

Dans le domaine de la surveillance environnementale, les activités analytiques en laboratoire ont souvent fait l'objet d'une plus grande attention que les activités liées à l'échantillonnage. Pourtant ces dernières sont des étapes essentielles pour la fiabilité de la donnée finale et pour son utilisation.

A l'inverse des activités de laboratoire, les activités d'échantillonnage bénéficient peu, pour l'instant, d'outils de contrôle et d'assurance qualité permettant de disposer de données quantitatives objectives nécessaires pour améliorer les pratiques et connaître la fiabilité des données (essais interlaboratoires, matériaux de référence, contrôles qualité, ...). En termes d'assurance qualité, l'accréditation « échantillonnage » se développe mais elle est encore moins répandue que l'accréditation sur les analyses. Enfin, l'impact des opérations d'échantillonnage sur la qualité des données ainsi que leurs incertitudes ne sont pas ou peu connus. La connaissance de cet impact pourra orienter les efforts soit vers l'amélioration des pratiques d'échantillonnage, soit vers l'amélioration des pratiques d'analyse et elle permettra également de mieux connaître la fiabilité des données acquises dans les programmes de surveillance et donc la fiabilité de l'évaluation de l'état des masses d'eau.

Depuis les premiers programmes Aquaref, il est apparu indispensable de proposer des actions dans le but d'améliorer des pratiques d'échantillonnage ainsi qu'évaluer leur impact sur la donnée. Parmi les actions engagées depuis plusieurs années, la réalisation d'essais collaboratifs sur l'échantillonnage a notamment permis, par l'évaluation quantitative et qualitative des pratiques, de rédiger des guides techniques nationaux sur l'échantillonnage, de mettre en place des formations et de mener des études techniques ciblées sur des problèmes liés aux pratiques d'échantillonnage. Enfin les premières études ont permis d'acquérir des données sur l'impact de l'échantillonnage sur la variabilité des données.

AQUAREF propose dans le cadre de cette fiche de poursuivre ces actions sur l'échantillonnage suivant les 3 axes suivants :

- Étude, diagnostic et développement de protocole
- Révision et amélioration des guides techniques échantillonnage
- Mise en œuvre et évaluation des opérations d'échantillonnage

Un axe est également dédié à l'animation de ce thème (programmation, suivi, ...).

C0 - Pilotage du thème (BRGM) – 2016-2018

- Programmation, suivi, valorisation des actions du thème

L'action consiste en la programmation, le suivi et la valorisation des actions du thème. En 2016 et 2017, une profonde refonte du site internet Aquaref est prévue. Il est prévu de réfléchir à la structuration du site et à la valorisation des livrables du thème sur le site (contribution à la refonte du site Aquaref, présentation, classement, structuration des livrables du thème, contribution au rapport d'activité, ...).

C1 - Étude, diagnostic et développement de protocole

C1a : Veille et acquisition de connaissances concernant les risques de contamination des échantillons lors des opérations d'échantillonnage :

- C1a1 (2016-2018) : études méthodologiques : réalisation d'essais pour évaluer la contamination apportée par le matériel d'échantillonnage ou par les opérateurs (ex 2016 : BPA, BPF, BPS en ESC) (INERIS, BRGM) : depuis 2013 le BRGM et l'INERIS mènent des études techniques visant à évaluer en conditions « réelles » l'impact de différents matériels d'échantillonnage sur les données de surveillance. Par ces études, ce sont principalement les risques de contamination qui sont estimés. L'INERIS, au regard des données de surveillance

et de l'étude prospective propose de poursuivre ces études en intégrant également l'impact opérateur (usage de produits cosmétiques, de médicaments sous forme de pommades, par exemple). Il est envisagé pour 2016-2017 d'évaluer l'impact de la contamination (matériel/opérateur) sur les données de surveillance des bisphénols (BPA, BPF, BPS) et sur certaines substances émergentes comme le triclosan et le musc. L'objectif est de déterminer les pratiques et les matériels à risque en fonction des substances et par la suite d'améliorer les guides techniques Aquaref sur ce point. En 2017 et suite aux études menées en 2013-2015, le BRGM poursuivra ce type d'études dans le contexte « eau souterraine » en fonction des nouveaux risques de contamination identifiés.

En 2018, l'INERIS poursuivra les études entamées sur l'impact des opérations d'échantillonnage concernant la famille des parabènes : l'étude réalisée en 2015 sur cette famille a permis de statuer sur l'impact lié à l'opérateur ; mais il n'a pas été possible d'apporter des conclusions tranchées sur l'impact du matériel du fait, entre autres, de l'instabilité des substances. L'objectif est de conduire une étude similaire à celle de 2015 en intégrant les protocoles de conservation d'échantillons étudiés en 2017 (Cf action C1b).

- C1a2 (2016) : diffusion de connaissance à destination des gestionnaires : synthèse opérationnelle des études Aquaref 2013-2015 sur la contamination des échantillons à destination des gestionnaires et utilisateurs de la donnée (**BRGM, INERIS, Irstea**)

C1b (2016-2018) : Études de stabilité sur les substances pour lesquelles les données bibliographiques sont insuffisantes – Application des recommandations du document AQUAREF sur la réalisation des études de stabilité. (**BRGM, INERIS, LNE, Irstea**)

En 2014 et 2015, Aquaref a réalisé une synthèse sur les exigences en termes de délai à respecter entre l'échantillonnage et l'analyse, en lien avec les caractéristiques de stabilité des substances. Cette synthèse a mis en relief que des données manquaient pour de nombreuses substances. L'objectif est d'acquérir des données de stabilité, en appliquant la méthodologie développée au sein d'Aquaref sur des substances pour lesquelles ces données manquent. Les données seront mises à disposition des laboratoires et des gestionnaires afin de préciser les exigences en termes de délais entre échantillonnage et analyse notamment dans le contexte DOM. Ces données seront utilisées pour préciser les guides techniques Aquaref. Les substances faisant l'objet d'études en 2016, 2017 et 2018 seront choisies au sein des substances réglementées (substances prioritaires, état écologique, pertinentes, spécifiques aux eaux souterraines, ...).

En 2017, au regard des résultats obtenus sur l'étude de stabilité menée lors de la CIL parabènes en 2015 (perte de 20% au bout d'une journée pouvant atteindre 70% au bout de 2 jours pour le méthylparabène), l'INERIS propose une étude complémentaire sur la stabilité des parabènes. L'objectif de cette étude est de trouver une solution pour conserver les parabènes entre l'échantillonnage et l'analyse. Cette étude sera réalisée en 2 temps :

- a) Essais de conservation des parabènes sur une matrice type eau d'Evian (différentes conditions seront étudiées : acidification : oui/non ? quel type d'acide ? quel est le rôle du pH ?)
- b) Une fois les conditions de stabilisation définies, une vérification de l'efficacité de celles-ci sera réalisée sur le terrain avec différents types d'eau (ayant des caractéristiques physico-chimiques différentes, pH, MES, conductivité).

L'ensemble des essais seront réalisés selon le nouveau guide stabilité Aquaref (Cf. thème D 2016, Action D2b).

En parallèle une recherche des produits de dégradation des parabènes sera réalisée (Cf. thème F 2017, action F1a2).

En 2018, le BRGM et l'INERIS poursuivront les études de stabilité sur de nouvelles substances ou familles de substances à identifier début 2018.

C1c (2016) : Synthèse et valorisation de l'action d'estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage menée sur le bassin Artois-Picardie en 2013-2015 (LNE, INERIS, BRGM)

Afin d'assurer la maîtrise des opérations d'échantillonnage (jusqu'au laboratoire d'analyse), la mise en œuvre de contrôles qualité pour l'échantillonnage, le conditionnement et le transport des échantillons ont été proposés au cours des années 2013-2015 pour le programme de surveillance de la qualité des cours d'eau sur le bassin Artois Picardie. L'objectif était de disposer d'informations objectives permettant de garantir et évaluer la qualité des données intégrant la totalité de la chaîne d'acquisition depuis l'échantillonnage jusqu'à la restitution de la donnée issue du résultat d'analyse.

Ces programmes de contrôles qualité ont reposé à la fois sur une validation initiale qui permet d'estimer les incertitudes de mesure, incluant la contribution liée à l'échantillonnage et, ainsi de démontrer que les protocoles mis en place répondent aux objectifs fixés de surveillance, ainsi que sur la mise en place pérenne de contrôles qualité tels que les blancs et les doubles échantillons afin de s'assurer que la mise en œuvre de ces protocoles est maîtrisée dans le temps.

Une restitution des travaux réalisés au cours de cette étude 2013-2015 est prévue au 1er semestre 2016 auprès notamment des Agences de l'eau, ainsi que des laboratoires et des organismes de prélèvement.

Par ailleurs, une synthèse sur la méthodologie déployée, incluant un retour d'expérience sur sa mise en œuvre, ainsi que sur les résultats obtenus sur le bassin Artois Picardie sera rédigée et diffusée largement.

C1d (2016-2018) : incertitudes et contrôles qualité échantillonnage

- C1d1 : (2016-2018) : Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage : application de la méthodologie 2013-2015 développée en AEAP à un autre milieu (ESO) ou avec un autre bassin (LNE, BRGM, INERIS)

Une déclinaison de la méthodologie mise en œuvre en 2013-2015 sur le bassin Artois Picardie pour la surveillance des eaux de surface est proposée, soit sur un autre milieu comme les eaux souterraines, soit sur un autre bassin hydrographique. La mise en place de telles méthodologies permet d'acquérir de données pour préciser l'impact des opérations d'échantillonnage sur la qualité des données.

Pour des raisons de réorganisation de la programmation AQUAREF 2017, le BRGM ne participera finalement pas à cette action en 2017 notamment compte tenu de l'absence d'eaux souterraines dans le cadre de cette action. Le budget est affecté à l'action d'appui au SANDRE dans le cadre du thème E.

C1e (2017-2018) : Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage en eau souterraine : étude d'éventuelles stratifications verticales par diagraphie (BRGM)

Dans le contexte des eaux souterraines, l'homogénéité verticale des concentrations dans les masses d'eau n'est pas assurée de façon systématique. Il est proposé de réaliser quelques essais de « diagraphie » visant à étudier la stratification verticale de la masse d'eau pour un jeu de stations RCS en eau souterraine (BRGM)

C2 - Révision des guides techniques

C2a (2016-2018) : guides techniques échantillonnage milieu

- C2a1 (2016-2018) : Guides techniques échantillonnage milieu - matrices eau et sédiment (INERIS, BRGM, LNE, Irstea)

Révision annuelle des guides relatifs à l'échantillonnage notamment par la prise en compte des évolutions réglementaires et des résultats des travaux Aquaref.

En 2011, Aquaref a produit la première version des guides techniques « Échantillonnage » à destination des agences et offices de l'eau. Ces guides avaient pour objectif de définir des exigences techniques harmonisées pour les opérations d'échantillons dans le cadre des

programmes de surveillance DCE. Ces guides ont été révisés, complétés à une fréquence annuelle, afin d'intégrer les évolutions réglementaires ainsi que les travaux Aquaref réalisés au cours de cette période.

En 2014, suite à la confirmation des rôles respectifs entre Aquaref- AFB – DEB (dans le cadre du SNDE), le rôle d'Aquaref est de proposer aux pouvoirs publics des recommandations techniques. Ce qui a impliqué la refonte des guides techniques « Échantillonnage » en 2015 (exclusion des aspects contractuels entre les commanditaires et les prestataires).

En 2016, ces guides refondus seront révisés afin de prendre en compte les dernières évolutions réglementaires (agrément, arrêté surveillance...) ainsi que les connaissances acquises concernant les risques de contamination des échantillons lors des opérations d'échantillonnage, etc...

Ces guides seront régulièrement révisés en fonction des évolutions réglementaires et techniques.

Pour des raisons de réorganisation de la programmation AQUAREF 2017, le LNE ne participera finalement pas à cette action en 2017. Le budget est affecté à des actions AQUAREF en appui au RSP.

- C2a2 (2017-2018) : Guides techniques échantillonnage milieu - matrice biote (INERIS, Irstea)

Dans la suite de la préparation des guides Aquaref échantillonnage sur les eaux, les sédiments et le biote en milieu marin, il est proposé en 2017 et 2018 de préparer un guide de recommandations techniques sur le conditionnement et transport des échantillons biote (poisson) en milieu continental (cours d'eau) dans le cadre de la surveillance chimique des programmes DCE.

Le guide sera basé sur :

- la stratégie nationale d'échantillonnage biote qui sera définie par le GT « biote » ad hoc (pilote par l'AFB)
- le panorama réalisé au niveau national sur les QA/QC pour le conditionnement et le transport des échantillons de poissons/gammarès.

Il s'appuiera aussi sur les recommandations relatives au biote milieu marin du guide prélèvement réalisé par IFREMER dans le cadre du programme Aquaref 2015.

En 2017, l'objectif est de réaliser un inventaire de l'ensemble des préconisations déjà existantes, définition du plan du guide, recherche des informations bibliographiques complémentaires et animation du groupe de travail associé sur ce document. Le travail se concentrera principalement sur les opérations relatives à la conservation, au transport, à la lyophilisation, au broyage, ...

Initialement en 2018, l'objectif était de compiler l'ensemble des données collectées en 2017 dans un guide de recommandations techniques sur le conditionnement et transport des échantillons biote (poisson) en milieu continental (cours d'eau) dans le cadre de la surveillance chimique des programmes DCE. Ce guide, à la demande de l'AFB, a été replanifié sur 2017. En 2018, Aquaref poursuivra son appui sur ce sujet et révisera le cas échéant le guide produit en 2017 au regard des échanges avec l'ensemble des experts du GT « biote » et des retours des opérateurs de terrain.

C2b (2017) : Guides techniques échantillonnage rejets canalisés (INERIS, LNE, Irstea)

Depuis 2011, il existe un guide Aquaref de recommandations sur l'échantillonnage en rejets canalisés portant sur la surveillance des micropolluants prioritaires et émergents. Toutefois ce guide ne traite pas de l'échantillonnage des macropolluants et des paramètres indiciaires.

La publication de l'Arrêté du 21 juillet 2015 « relatif aux systèmes d'assainissement collectif et aux installations d'assainissement non collectif, à l'exception des installations d'assainissement non collectif recevant une charge brute de pollution organique inférieure ou égale à 1,2 kg/j de DBO5 »

impose aux agglomérations de nouvelles exigences en termes de surveillance. Ces exigences concernent essentiellement les macropolluants et les paramètres indiciaires.

Afin de faciliter la mise en œuvre de cet arrêté au niveau des STEU (< et > 2000 EH), Aquaref propose, en collaboration avec l'AFB et la DEB, en 2017/2018 :

- d'élaborer un guide d'échantillonnage en eaux résiduaires à destination des petites stations d'épuration (< 2000 EH) dans le cadre de l'autosurveillance réglementaire pour les macropolluants, qui pourrait également aborder la surveillance des substances de la DCE et substances émergentes : *le sujet doit être précisé, attente d'informations complémentaires.*
- d'actualiser le guide Aquaref de recommandations sur l'échantillonnage en rejets canalisés (version 2011) en intégrant l'échantillonnage des macropolluants et des paramètres indiciaires.

C2c (2017-2018) : Veille et mise à jour de la liste de substances nécessitant une analyse rapide après échantillonnage (BRGM, INERIS)

En 2014 et 2015, AQUAREF a réalisé une synthèse sur les exigences en termes de délai à respecter entre l'échantillonnage et l'analyse, en lien avec les caractéristiques de stabilité des substances. Compte tenu du manque d'informations disponibles dans la littérature ou dans les documents normatifs cette synthèse était partielle. L'objectif de cette action proposée pour 2017 et 2018 est de mettre à jour, compléter les recommandations Aquaref sur ce thème de la stabilité des substances. Il s'agira de recenser les nouvelles données disponibles, si possible de faire appel aux organisateurs d'essais interlaboratoires, de prendre en compte les essais Aquaref, de chercher si besoin des données bibliographiques. L'action démarrera par une priorisation des substances à traiter. In fine, cette action permettra de préciser les recommandations Aquaref dans les guides analyse et échantillonnage (notamment en contexte DOM pour lister les substances pour lesquelles un envoi en métropole est possible et les substances à analyser localement).

Résultat prévu : Actualisation du tableau des paramètres pour lesquels une analyse rapide (24h) est recommandée par Aquaref. Ce tableau pourra être annexé aux guides techniques analyse et échantillonnage.

C2d (2017) : Guide de bonnes pratiques pour fiabiliser les données obtenues par des dispositifs de mesure en continu et portable (LNE, INERIS, Irstea)

Suite aux travaux Aquaref INERIS/LNE sur l'évaluation des performances des capteurs en conditions réelles qui a rassemblé 26 dispositifs en ligne sur l'Oise pendant 4 mois en 2015-2016, il est apparu nécessaire, en échangeant avec les différentes parties prenantes (utilisateurs, fabricants) de valoriser le retour d'expérience acquis sur l'étalonnage et la maintenance de ces dispositifs et de rédiger un guide de recommandations techniques et de bonnes pratiques pour l'installation et la mise en œuvre des dispositifs de mesure en continu. Ce guide permettra d'améliorer les pratiques actuelles en proposant un cadre commun aux utilisateurs (Agences de l'eau, collectivités) et par conséquent fiabiliser les données. En effet, une fois le dispositif de mesure choisi, il doit être installé sur site en respectant des exigences et recommandations afin d'être représentatif de la masse d'eau à mesurer et ainsi répondre à l'objectif de surveillance. Afin de garantir une qualité de données dans le temps, l'utilisateur de dispositifs de mesure en continu et portable doit démontrer que le processus de mesure est sous contrôle. Ceci se traduit par la définition d'un plan d'assurance qualité qui inclut notamment les aspects maintenance, étalonnage,

Ce guide de recommandations techniques et de bonnes pratiques Aquaref sera porté en normalisation (Thème H, commission T90L Mesure en continu) en 2018.

C3 - Mise en œuvre et évaluation

C3a (2016-2018) : Essais intercomparaison échantillonnage et mesures sur site en eau de surface continentale (INERIS, LNE, BRGM)

Aquaref a organisé depuis 2008 des essais collaboratifs sur l'échantillonnage et les mesures physico-

chimiques sur site dans différents milieux de surveillance (eaux de surface, eaux résiduaires, eaux souterraines plan d'eau, sédiments, DOM). Ces essais ont permis de mieux connaître les pratiques des préleveurs et d'approcher l'impact de ces pratiques sur les données de surveillance. En parallèle quelques initiatives hors Aquaref existent concernant des essais d'aptitude sur les mesures physico-chimiques sur site (ARSATESE). De plus, des circuits d'intercomparaison « mesures physico-chimiques » ont également été développés par les organisateurs BIPEA et AGLAE mais ces essais sont réalisés en conditions contrôlées (ces essais n'évaluent pas le préleveur en situation de routine). Dans le domaine de l'analyse, l'aptitude des laboratoires est évaluée très fréquemment à travers l'organisation d'essais interlaboratoires d'aptitude.

En 2015, Aquaref mène une réflexion sur la pérennisation des essais d'intercomparaison sur l'échantillonnage et/ou les mesures physico-chimiques in situ en étudiant les formes possibles de ces essais, les structures qui pourraient les organiser, le coût de ces essais, les modes de financement possibles, ...

Au regard de cette réflexion, il est envisagé de tester une ou plusieurs de ces stratégies :

- Rapprochement et accompagnement d'Aquaref auprès des organisateurs de CIL analytiques (BIPEA, AGLAE) pour l'organisation potentielle d'essais d'intercomparaison mesures in situ (en conditions réelles et non en conditions contrôlées comme actuellement) et échantillonnage)
- Mise en place d'une organisation différente pour les essais d'intercomparaison sur les mesures in situ (en conditions réelles) selon le modèle de l'ARSATESE Adour Garonne.
- Étude pilote avec une ou plusieurs agences de l'eau ou autre organisme en vue d'organiser un essai d'intercomparaison sur l'échantillonnage en eau de surface continentale et sur les mesures in situ. Cet essai se focaliserait sur les substances problématiques (contamination, perte) et pourrait intégrer toute la chaîne de mesure (échantillonnage + analyse) ou une partie de celle-ci (échantillonnage). Cette action pourrait se décliner de cette façon :
 - 2016 : élaboration du cahier des charges en partenariat avec une ou plusieurs agences de l'eau (incluant le choix du site, la sélection des participants, définition des protocoles),
 - 2017 : réalisation de l'essai, dépouillement des données, rapport final, REX sur le mode de fonctionnement
 - 2018 : Pérennisation de ce modèle

C'est la première stratégie qui a été retenue. Un essai préliminaire rassemblant 13 opérateurs de terrain a été initié en 2017 avec AGLAE sur l'ensemble des sites sélectionnés en Picardie. L'objectif de cet essai était d'optimiser et d'évaluer la faisabilité de ce type d'essais en conditions réelles avant de l'inscrire officiellement au catalogue des comparaisons interlaboratoires AGLAE.

L'année 2018 sera consacrée :

- à la poursuite de la recherche d'ensembles de sites au niveau français afin de déployer les essais d'aptitude « mesures in situ et échantillonnage » au niveau national ;
- à la mise en œuvre des essais d'aptitude « mesures in situ et échantillonnage » sur les ensembles de sites sélectionnés en 2016 et 2017 (bassin Artois Picardie, bassin Loire Bretagne) avec les organisateurs BIPEA et AGLAE. Le rôle d'Aquaref sera de les assister techniquement lors du déploiement des essais terrain.

C3b (2016-2018) : Essais intercomparaison mesure in situ en milieu marin (IFREMER, LNE, INERIS en 2018)

Face au manque actuel de programmes d'essais d'intercomparaison pour la mesure des paramètres physico-chimiques in situ en milieu marin, il est proposé d'organiser un EIL pour ces paramètres en milieu marin. Cette action se déroulera sur 3 ans :

- 2016 : cahier des charges incluant le choix du site, la sélection des participants (Ifremer et laboratoires impliqués dans la surveillance DCE et DCSMM), choix des paramètres mesurés (les paramètres température, conductivité, oxygène dissous, voire pH et turbidité), définition des protocoles. Il s'agira donc d'un dimensionnement de l'EIL : l'idée est de diagnostiquer la

faisabilité, l'intérêt d'éventuels participants, le programme et donc les coûts nécessaires pour l'organisation d'un EIL en 2017.

- 2017 : réalisation de l'essai
- 2018 : dépouillement des données, rapport final et journée de restitution

En 2018, l'INERIS apportera son expertise sur la partie exploitation des données de l'essai.

C3c (2016-2018) : Améliorer le transfert des méthodes par des rencontres avec les opérateurs de terrain (INERIS, BRGM, LNE, Irstea)

Cette action a pour objectif d'organiser annuellement une journée d'information et d'échange consacrée à l'échantillonnage. Cette journée permettra, d'une part de communiquer sur les travaux Aquaref sur ce thème, et d'autre part, d'échanger sur des questions non résolues concernant les pratiques d'échantillonnage. Le public visé pour ces journées est les prestataires en charge des prélèvements ainsi que les gestionnaires. Cette action concerne potentiellement tous les milieux et supports. Si cela est possible, lors de la première réunion, un point pourrait notamment être fait concernant l'échantillonnage du phytoplancton qui devrait être confié aux prestataires « échantillonnage chimie » dans l'organisation de la surveillance à partir de 2016.

C3d (2016) : Appui à la réflexion sur la mise en place de formation échantillonnage (INERIS, BRGM, Irstea)

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 (eau de surface, eau souterraine, eaux résiduaires, plan d'eau). En parallèle, au niveau national, un groupe de travail constitué de représentants des Agences de l'eau, de l'AFB, 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. 3 formations ont été conçues sur les bases de ce référentiel. Il s'agit des formations suivantes : 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 d'Outre Mer (DOM) 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. Il en est de même pour les eaux souterraines, formation délivrée par le BRGM. Des sessions ont dû être annulées faute de participants.

En absence d'obligation réglementaire, les bureaux d'études, les agents publics ne voient pas réellement l'intérêt de faire ce type de formation. Ceci est essentiellement dû au manque de reconnaissance de ce métier et de l'importance de cette étape dans la chaîne de mesure. Les structures accréditées quant à elles s'appuient sur du compagnonnage interne, possibilité indiquée dans le LAB GTA 29 « Guide technique d'accréditation. Échantillonnages d'eau et essais physico-chimiques des eaux sur site ». Toutefois, les observations faites lors des formations mettent en évidence régulièrement de mauvaises pratiques, lesquelles peuvent être éventuellement transmises si le compagnonnage reste la seule pratique pour former le personnel. Une formation obligatoire serait un plus pour améliorer les pratiques d'échantillonnage dans le cadre du programme de surveillance des masses d'eau en France. Or, l'une des façons pour améliorer le processus de la chaîne de mesure serait intégrer cette formation comme une exigence forte dans les guides techniques Aquaref ou l'agrément.

Aquaref contribuera sur :

- l'élaboration du référentiel de formation national d'échantillonnage en le complétant des autres

- milieux (par exemple : sédiment, ...)
- les moyens de diffusion de ce référentiel auprès des différents organismes de formation
- les moyens de l'imposer dans le cadre du programme de surveillance des masses d'eau en France (agrément, cahier des charges des agences de l'eau)
- la reconnaissance de cette formation.

C3e (2016-2018) : Visites sur site auprès des prestataires d'échantillonnage des agences de l'eau (BRGM, INERIS, Irstea)

Il est proposé dans cette action qu'Aquaref réalise des visites sur site lors de campagnes d'échantillonnage de réseaux de surveillance, en collaboration avec des agences de l'eau. Ces visites ont commencé depuis 2013. Elles n'ont pas pour vocation d'être des audits nominatifs avec une restitution personnalisée à l'agence de l'eau concernée. Elles ont comme objectif de permettre une restitution nationale montrant les points correctement appliqués et mettant en relief les difficultés et disparités. Ces visites ont in fine comme objectif une évolution des guides techniques en renforçant les exigences sur les points les plus sensibles. Le BRGM propose de réaliser des visites pour des campagnes d'échantillonnage eau souterraine. L'INERIS propose de réaliser des visites pour des campagnes eau superficielle (cours d'eau, plan d'eau). Irstea propose une action sur les sédiments en lien avec les décisions qui seront prises dans cadre des réunions techniques dédiées à la surveillance des sédiments (action A2a).

C3f (2017) : Outil de communication sur l'échantillonnage (flyer) (BRGM, INERIS, Irstea, LNE)

L'objectif est de préparer un document d'information, de valorisation concernant les actions Aquaref relatives à l'échantillonnage et aux mesures sur site.

C3g (2016) : Préleveurs automatisés (INERIS, LNE) : Adéquation des recommandations techniques françaises aux exigences de la norme NF EN 16479-1

La norme NF EN 16479 « Exigences de performance et modes opératoires d'essai de conformité pour les équipements de surveillance de l'eau - Dispositifs d'échantillonnage automatiques (échantillonneurs) pour l'eau et les eaux usées » a été publiée en août 2014. Cette publication rend souhaitable des études et essais pour l'optimisation de la stratégie d'échantillonnage sur 24h (eaux environnementales et rejets).

En effet, les prescriptions françaises actuelles subordonnent la représentativité de l'échantillon à la réalisation de 150 prélèvements unitaires automatisés au minimum, soit un prélèvement toutes les 10 minutes, dont le mélange constitue l'échantillon final. Ceci implique des prélèvements unitaires de l'ordre de 60 ml. Or les données expérimentales ayant abondé l'élaboration de la norme NF EN 16479, ont démontré une fidélité satisfaisante des préleveurs automatisés (5%) pour des volumes de 250 ml, largement supérieurs à 60 ml. En 2015 le plan d'expérience a été élaboré, en vue de vérifier que la fréquence de prélèvement unitaire recommandée actuellement en France permet d'assurer une fidélité satisfaisante de ceux-ci. La phase expérimentale sera réalisée en 2016.

Les résultats seront valorisés par le biais de la normalisation (FDT90-523-2).

Ce sera également l'occasion d'appliquer ce protocole pour la vérification des performances des échantillonneurs intégratifs à flux continu (CFIS), nouveau dispositif immersif, qui permet d'obtenir les concentrations moyennes des polluants pondérées en fonction du temps. Ces équipements de prélèvement automatisés seront mis en œuvre dans le cadre des travaux réalisés en partenariat avec la Communauté Urbaine de Strasbourg (CUS) dans le cadre de l'AAP Micropolluants et la Communauté de l'Agglomération Creilloise (CAC).

C3h (2018) : Journées de sensibilisation à "l'échantillonnage d'eaux résiduaires" dans les DOM (INERIS)

Cette action vise à améliorer et harmoniser les pratiques d'échantillonnage dans les programmes de surveillance des eaux résiduaires dans les territoires d'Outre-Mer et **plus particulièrement améliorer l'acquisition et l'exploitation des données issues des campagnes nationales de surveillance**

des rejets de substances dangereuses dans les stations d'épurations des eaux usées urbaines (RSDE STEU).

En vue de la mise en œuvre de la note relative à l'adaptation aux départements d'Outre-Mer (DOM) des dispositions de la note technique du 12 août 2016 relative à la recherche de micropolluants dans les eaux brutes et dans les eaux traitées des stations de traitement des eaux usées et à leur réduction (action RSDE-STEU 2ème phase), les Offices de l'Eau ont demandé à la DEB un appui technique pour aider et sensibiliser les exploitants et les organismes de prélèvement aux opérations d'échantillonnage des eaux de rejet (choix du matériel, étape critique d'homogénéisation,...) conformément à la note.

En vue de répondre à cette sollicitation formulée lors du séminaire DOM 2017, AQUAREF propose, dans le cadre de ses missions, de réaliser des journées de sensibilisation spécifiques sur les opérations d'échantillonnage d'eaux résiduaires (eau traitée, eau d'entrée) comme cela avait déjà été réalisé en 2014/2015 pour les opérations d'échantillonnage en cours d'eau. L'objectif de cette sensibilisation est la pratique sur le terrain avec un apport théorique limité et comprendra des expériences visuelles (ex : importance de l'homogénéisation). Au cours de cette sensibilisation qui durera environ 3 jours, les participants :

- réaliseront les différentes étapes critiques de l'échantillonnage (réalisation d'un blanc d'échantillonneur, contrôle métrologique de l'échantillonneur, réalisation d'un vrai échantillonnage avec étape d'homogénéisation puis remplissage des flacons et transport vers laboratoires locaux et laboratoires métropole),
- manipuleront avec leurs matériels sur leurs propres stations d'épuration (sélection de 2 stations d'épurations afin de les mettre en conditions réelles) dans l'objectif de travailler avec eux pour adapter le matériel à la recherche des micropolluants.

Il leur sera fourni des supports plastifiés opérationnels (logigramme des contrôles à réaliser sur les échantillonneurs, protocole de nettoyage des échantillonneurs...) ainsi qu'un support comprenant un rappel des exigences de la Note RSDE STEU (méthodologie, objectifs, calendrier,...).

En amont des journées de formation avec le soutien des ODE, un bilan des pratiques ainsi qu'un recensement des participants potentiels (exploitants, organismes de prélèvements ou autre) et des matériels mis en œuvre pour l'échantillonnage sera réalisé afin d'adapter et/ou compléter le matériel présent sur place et optimiser les journées techniques.

Pour ce type de sensibilisation, le nombre de participants devra être limité à 16 (ce qui permettrait de constituer 2 groupes de 8 pour les essais pratiques sur station d'épuration).

En fonction du nombre de personnes à sensibiliser, un regroupement pourrait être envisagé entre la Martinique et la Guadeloupe.

La sélection des participants se fera localement par les DEAL et les ODE.

Communication

Cf actions C3f, C3c, C1c.

Valorisation et transfert

Cf actions C2 et C3.

2. Travaux antérieurs

La plupart des actions présentées sont des suites d'actions initiées dans les années précédentes (guides techniques, études contamination, stabilité, essais collaboratifs, incertitudes, visites sur site, ...).

3. Jalons, étapes et calendrier

Cf ci-après (résultats prévus).

4. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Résultats prévus		Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1, T2, T3, T4) et année
2016				
C1a1 -	Risques de contamination des échantillons lors des opérations d'échantillonnage pour une ou plusieurs familles de substances (rapport)	INERIS	expert	T4 2016
C1a2 -	Synthèse opérationnelle des actions 2013-2015 concernant les risques de contamination lors des opérations d'échantillonnage (note)	BRGM	averti	T4 2016
C1b -	Études de stabilité sur une ou plusieurs familles de substances (rapport)	BRGM	expert	T4 2016
C1c -	Synthèse (publique) sur la méthodologie d'estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage mise en œuvre sur le bassin AP en 2014 et 2015, incluant un retour d'expérience ainsi que les résultats obtenus	LNE	averti	T2 2016
C1d -	Cahier des charges pour une étude d'estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage : application de la méthodologie 2013-2015 à un autre milieu (ESO) ou sur un autre bassin (ESU)	LNE	expert	T4 2016
C2a -	Guides techniques échantillonnage milieu mis à jour	INERIS	expert	T4 2016
C3a -	Cahier des charges pour la réalisation d'un essai d'intercomparaison échantillonnage en eau de surface continentale	INERIS	expert	T4 2016
C3b -	Cahier des charges pour la réalisation en 2017 d'un essai intercomparaison mesure in situ en milieu marin	IFREMER	expert	T4 2016
C3c -	Compte-rendu de la journée technique sur l'échantillonnage	BRGM	expert	T4 2016
C3d -	Appui à la réflexion sur la mise en place de formation échantillonnage (rapport d'activité)	INERIS	expert	T4 2016
C3e -	Compte-rendu de visite sur site auprès des prestataires d'échantillonnage des AE	INERIS	expert	T4 2016
C3g -	Rapport concernant les essais de validation sur préleveurs automatiques	INERIS	expert	T4/2016
2017				
C1a1 -	Risques de contamination des échantillons lors des opérations d'échantillonnage pour une ou plusieurs familles de substances (rapport)	INERIS	expert	T4 2017
C1a1 -	Risques de contamination des échantillons lors des opérations d'échantillonnage pour une ou plusieurs familles de substances (rapport)	BRGM	expert	T4 2017
C1b -	Études de stabilité sur une ou plusieurs familles de substances (rapport)	BRGM	expert	T4 2017

Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1, T2, T3, T4) et année
2017			
C1b - Études de stabilité sur la famille des parabènes (rapport)	INERIS	expert	T4 2017
C1d - Réalisation d'une étude d'estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage sur la base du cahier des charges 2016 (point d'avancement fait dans le rapport d'activité)	LNE	expert	T4 2017
C1e - Essais de diagraphie pour estimer la stratification verticale de stations RCS « Eau souterraine » (rapport d'avancement)	BRGM	expert	T4 2017
C2a1 - Guides techniques échantillonnage milieu (eau et sédiment) mis à jour (incluant la mise à jour d'un tableau sur les délais de mise en analyse)	INERIS	expert	T4 2017
C2b - Guide échantillonnage en eau résiduaire pour les petites stations de traitement et mise à jour du guide Aquaref de recommandations sur l'échantillonnage en rejets canalisés (version 2011)	INERIS	expert	T4 2017
C2d - Guide de recommandations techniques et de bonnes pratiques pour l'installation et la mise en œuvre de dispositifs de mesure en continu	LNE	expert	T4 2017
C3a - Réalisation d'un essai d'intercomparaison échantillonnage en eau de surface continentale (rapport d'activité)	INERIS	expert	T4 2017
C3b - Réalisation d'un essai intercomparaison mesure in situ en milieu marin (rapport d'activité)	IFREMER	expert	T4 2017
C3c - Compte-rendu de la journée technique sur l'échantillonnage	INERIS	expert	T4 2017
C3e - Compte-rendu de visite sur site auprès des prestataires d'échantillonnage des AE	BRGM	expert	T4 2017
C3f - Document d'information synthétique (« flyer ») sur l'échantillonnage	BRGM	averti	T4 2017
2018			
C1a1 - Risques de contamination des échantillons lors des opérations d'échantillonnage pour la famille parabène (rapport)	INERIS	expert	T4 2018
C1b - Études de stabilité sur une ou plusieurs familles de substances (rapport)	BRGM	expert	T4 2018
C1b - Études de stabilité sur une ou plusieurs familles de substances (rapport)	INERIS	expert	T4 2018
C1d1 - Exploitation des résultats et synthèse de l'étude d'estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage (rapport)	LNE	expert	T4 2018
C1e - Essais de diagraphie pour estimer la stratification verticale de stations RCS « Eau souterraine » (rapport)	BRGM	expert	T4 2018

Résultats prévus		Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1, T2, T3, T4) et année
2018				
C2a1 -	Guides techniques échantillonnage milieu (eau et sédiment) mis à jour (incluant la mise à jour d'un tableau sur les délais de mise en analyse)	INERIS	expert	T4 2018
C2a2-	Guide technique échantillonnage biote en milieu continental	INERIS	expert	T4 2018
C3a -	Synthèse de l'essai d'intercomparaison échantillonnage en eau de surface continentale (rapport)	INERIS	expert	T4 2018
C3b -	Synthèse de l'essai intercomparaison mesure in situ en milieu marin (rapport)	IFREMER	expert	T4 2018
C3c -	Compte-rendu de la journée technique sur l'échantillonnage	INERIS	expert	T4 2018
C3e -	Compte-rendu de visite sur site auprès des prestataires d'échantillonnage des AE	BRGM	expert	T4 2018
C3h	Compte rendu des journées techniques « Echantillonnage eaux résiduaires DOM »	INERIS	expert	T4 2018
C3h	Supports opérationnels de bonnes pratiques	INERIS	experts	T4 2018

* novice, averti, expert

THÈME D

Améliorer les opérations d'analyses physico-chimiques

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Amélioration des opérations d'analyses physico-chimiques																						
Action n°	Aquaref Thème D																						
Programmation Onema																							
Contexte de l'action	La directive cadre sur l'eau (DCE), ses directives filles, ainsi que son projet de révision, et la directive cadre « stratégie pour le milieu marin (DCSMM) » imposent la surveillance des substances chimiques dans les eaux, biote et sédiments. Il existe un besoin de développement de méthodes adaptées et d'amélioration des performances des méthodes existantes pour répondre aux objectifs de surveillance aux niveaux requis par les textes réglementaires européens mais aussi nationaux (arrêté établissant le programme de surveillance de l'état des eaux en application de l'article R212-22 du code de l'environnement).																						
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	Étudier et améliorer la faisabilité de la surveillance des substances réglementées dans l'eau, les sédiments ou le biote, aux niveaux requis par les textes réglementaires, à des coûts acceptables en développant, si besoin, de nouvelles méthodes ou en adaptant des méthodes existantes, et diffuser ces méthodes, dont la robustesse a été éprouvée et pour lesquelles la validation a fourni des données de performance.																						
Résumé de l'action au titre de la convention 2016-2018	Cette action permanente vise à mettre à la disposition des opérateurs de la surveillance des éléments techniques opérationnels leur permettant de produire des données fiables de surveillance des masses d'eau ; elle vise dans ce cadre à : • élaborer les protocoles manquants et assurer le transfert vers les opérateurs des développements obtenus dans un cadre prospectif (D1), • traduire en recommandations techniques les opérations découlant de l'application de l'assurance qualité à l'amélioration de la qualité des données, (D2) • assurer la prise en main effective des méthodes développées par des journées techniques, communications externes ou des exercices collaboratifs (CIL) et évaluer l'amélioration obtenue par rapport à l'écart à combler (D3), Les points développés dans cette action contribuent notamment à : • fournir des éléments techniques opposables indispensables à l'appui technique (thème A) au ministère en vue de soutenir les positions françaises • enrichir les recommandations en termes de prélèvement (thème C) • soutenir la normalisation (thème H)																						
Acteurs	Responsable Opérateur : <table><tr><td>BRGM</td><td>L. Amalric</td></tr><tr><td>IFREMER</td><td>A. Grouhel</td></tr><tr><td>INERIS</td><td>F. Lestremau (pilote de thème)</td></tr><tr><td>Irstea</td><td>M. Coquery</td></tr><tr><td>LNE</td><td>S. Lardy-Fontan</td></tr></table> Autres correspondants Opérateur : <table><tr><td>BRGM</td><td>A. Togola, S. Bristeau, J-P. Ghestem</td></tr><tr><td>IFREMER</td><td>B. Andral, C. Tixier</td></tr><tr><td>INERIS</td><td>M-P. Strub</td></tr><tr><td>Irstea</td><td>C. Margoum, C. Miège, N. Mazzella, A. Yari</td></tr><tr><td>LNE</td><td>B. Lalère, J. Cabillic, P. Fisicaro, E. Alasonati, V. Le Diouron, C. Fallot, A. Rincel</td></tr></table> Correspondant Onema : P-F. Staub			BRGM	L. Amalric	IFREMER	A. Grouhel	INERIS	F. Lestremau (pilote de thème)	Irstea	M. Coquery	LNE	S. Lardy-Fontan	BRGM	A. Togola, S. Bristeau, J-P. Ghestem	IFREMER	B. Andral, C. Tixier	INERIS	M-P. Strub	Irstea	C. Margoum, C. Miège, N. Mazzella, A. Yari	LNE	B. Lalère, J. Cabillic, P. Fisicaro, E. Alasonati, V. Le Diouron, C. Fallot, A. Rincel
BRGM	L. Amalric																						
IFREMER	A. Grouhel																						
INERIS	F. Lestremau (pilote de thème)																						
Irstea	M. Coquery																						
LNE	S. Lardy-Fontan																						
BRGM	A. Togola, S. Bristeau, J-P. Ghestem																						
IFREMER	B. Andral, C. Tixier																						
INERIS	M-P. Strub																						
Irstea	C. Margoum, C. Miège, N. Mazzella, A. Yari																						
LNE	B. Lalère, J. Cabillic, P. Fisicaro, E. Alasonati, V. Le Diouron, C. Fallot, A. Rincel																						
Actions liées	Aquaref thèmes A, C, E, F, G, H																						
Date de rédaction de la fiche	19 décembre 2017	Version	VF																				

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Périmètre et finalité de l'action

La directive cadre sur l'eau (DCE), ses directives filles, ainsi que son projet de révision, et la directive cadre « stratégie pour le milieu marin (DCSMM) » imposent la surveillance des substances chimiques dans les eaux, biote et sédiments. Il existe un besoin de développement de méthodes adaptées et d'amélioration des performances des méthodes existantes pour répondre aux objectifs de surveillance aux niveaux requis par les textes réglementaires européens mais aussi nationaux (arrêté établissant le programme de surveillance de l'état des eaux en application de l'article R212-22 du code de l'environnement).

La finalité de l'action est ainsi d'étudier et d'améliorer la faisabilité de la surveillance des substances réglementées dans l'eau, les sédiments ou le biote, aux niveaux requis par les textes réglementaires, à des coûts acceptables en développant, si besoin, de nouvelles méthodes ou en adaptant des méthodes existantes, et diffuser ces méthodes, dont la robustesse a été éprouvée et pour lesquelles la validation a fourni des données de performances.

Cette action permanente vise à mettre à la disposition des opérateurs de la surveillance des éléments techniques opérationnels leur permettant de produire des données fiables de surveillance des masses d'eau ; elle vise dans ce cadre à :

- élaborer les protocoles manquants et assurer le transfert vers les opérateurs des développements obtenus dans un cadre prospectif (D1),
- traduire en recommandations techniques les opérations découlant de l'application de l'assurance qualité à l'amélioration de la qualité des données, (D2)
- assurer la prise en main effective des méthodes développées par des journées techniques, communications externes ou des exercices collaboratifs (CIL) et évaluer l'amélioration obtenue par rapport à l'écart à combler (D3),

D0 - Pilotage du thème (INERIS)

Le pilote de thème s'assure de la coordination de la programmation du thème ce qui incluse le recueil et la compilation des informations reçus par chaque institut, la participation aux réunions de programmation et suivi liés à ce thème (CST AQUAREF, COPIL ONEMA, ...). Une suivie des actions et une contribution à la valorisation des actions du thème ainsi qu'à la réflexion sur la structuration du site internet est effectué.

D1 – Développement de méthode

Développement et validation de méthodes analytiques de substances réglementées

Cette action vise à mettre à la disposition des opérateurs de la surveillance des éléments techniques opérationnels leur permettant de produire des données fiables de surveillance des masses d'eau. Son périmètre est défini par les substances et matrices présentes sur les listes réglementaires ou susceptibles de les intégrer :

- La révision de l'annexe X de la Directive Cadre Eau, effective en 2014, a introduit 12 nouvelles substances dans la liste des substances prioritaires. Afin de pouvoir assurer la faisabilité de la surveillance des substances réglementées dans l'eau, des développements de méthode sont proposées sur les substances manquantes. Des actions sur le biote seront également mises en œuvre suite à l'introduction de la surveillance sur cette matrice (action D1a).
- Au niveau Européen, une première liste de vigilance (watch list) concernant des substances d'intérêt a été établie. Cette liste est amenée à évoluer avec l'amélioration et la comparaison des données d'occurrence, teneur et écotoxicité au niveau Européen. L'acquisition de ces connaissances nécessite des méthodes adaptées permettant cette investigation (action D1b).

- L'arrêté surveillance publié en août 2015 établit la liste des substances pertinentes à surveiller. Dans le cadre de l'accompagnement de la surveillance sur ces substances, des développements de méthodes seront réalisés pour les substances positionnées en liste B ou présentant des LQ basses, afin de disposer de fiches méthodes à destination des laboratoires prestataires (action D1c).

D1a - Développement et validation de méthodes analytiques - Substances prioritaires DCE

D1a1 - support matrice eau

- Cyperméthrine dans l'eau - **INERIS** - 2017

La cyperméthrine, insecticide ménager faisant partie de la famille des pyréthrinoides, est une substance incluse dans la révision de l'annexe X de la DCE. La limite de quantification exigée est extrêmement basse, établie à 8.10^{-5} µg/L pour les eaux de surface. Cette substance a été étudiée dans le cadre de l'étude exploratoire et analysée par SBSE/GC/MS/MS avec une limite de quantification à 100 ng/L au sein d'une méthode multirésidus (et sur matrice eau filtrée d'eau de surface). L'atteinte de la limite de quantification exigée par la DCE constitue un challenge analytique et il ne semble pas possible de l'atteindre de façon routinière, particulièrement en méthode multirésidus. Il est proposé de développer une méthode spécifique pour eaux brutes afin de pouvoir apporter des recommandations permettant de définir des performances pertinentes notamment en termes de limite de quantification.

D1a2 – support matrice biote

- Dicofol dans le biote - **INERIS** - 2016

Le dicofol est une substance ajoutée à la liste des substances prioritaires lors de la révision de l'annexe X de la DCE. C'est un insecticide organochloré dont la structure est proche du DDT. La NQE dans l'eau est établie à 1.3 ng/L. Cette substance étant hydrophobe, sa surveillance est également recommandée dans le biote avec une NQE de 33 µg/kg.

- Heptachlore, heptachlore époxyde dans le biote - **INERIS** -2016

L'heptachlore est un insecticide organochloré. Sa dégradation conduit à la formation de l'heptachlore epoxyde (formes cis et trans). Lors de l'introduction de la matrice biote par la directive 2013/39/CE, ces 2 substances ont été incluses pour une surveillance dans cette matrice. La NQE dans le biote a été fixée à $3.7 \cdot 10^{-3}$ µg/kg. L'atteinte de cette limite de quantification ne semble pas possible avec les instruments de laboratoires dans des conditions d'utilisation conventionnelles (GC/MS ou GC/MS/MS). Ainsi, la méthode développée essaiera de définir les meilleures performances atteignables avec ce type d'équipement ce qui permettra de fixer des limites de quantification pertinentes pour la surveillance routinière.

L'INERIS proposera un développement de méthode pour ces 2 composés en essayant si cela est techniquement possible de proposer une méthode analytique commune.

- HAP dans le biote - **LNE** - 2017

Les HAP (hydrocarbures aromatiques polycycliques) font partie de la liste des substances prioritaires dangereuses depuis la première version de la DCE et les NQE étaient établies uniquement dans l'eau (0,0002 à 2,4 µg/L). Cependant ces molécules ont un caractère hydrophobe qui leur confère une tendance à s'accumuler dans les différents compartiments solides de l'environnement. De plus, leur caractère lipophile leur permet d'être facilement transférés dans les différents compartiments de la chaîne alimentaire. C'est pourquoi, suite à la révision de la DCE en 2013, leur surveillance a également été recommandée dans le biote avec une NQE fixée à 5 µg/kg.

Dans la bibliographie, l'analyse des HAP dans le biote est généralement réalisée avec des prises d'essais conséquentes (de 5 à 50 g) afin d'atteindre des niveaux bas de quantification. L'utilisation de prise d'essai importante n'est pas sans conséquence sur la méthode analytique puisqu'elle peut engendrer des problèmes d'interférences liés à l'extraction de la matrice (matières grasses par exemple) mais aussi des limitations dans les techniques disponibles (limitation dans la taille des cellules pour l'extraction par solvant pressurisé à chaud par exemple).

Le LNE testera l'influence de cette prise d'essai sur les performances de la méthode analytique mais également sur celles de la mesure. Pour cela, il est proposé de tester, pour différents niveaux de prises d'essais, deux méthodes d'extraction classiquement utilisées pour l'analyse des HAP dans le biote : l'extraction par solvant pressurisé à chaud et l'extraction QuEChERS. Les composés ciblés par l'étude seront le benzo(a)pyrène, le fluoranthène et l'indéno(123-cd)pyrène, qui sont représentatifs de l'ensemble de la famille des HAP.

- Etude sur l'analyse sur support biote dans les matrices filet et poisson entier – **INERIS** – 2017/2018

Avec l'introduction de la mise en surveillance réglementaire de la matrice biote lors de la révision de la DCE de 2013 (introduction de NQE biote), des méthodes de référence pour cette matrice doivent être mises à disposition afin de constituer un appui pour les laboratoires prestataires. Les développements des méthodes déjà réalisés dans le cadre d'Aquaref pour les substances visées ont été en partie effectués uniquement pour le poisson (la truite généralement) et dans ce cas, généralement dans les filets.

Les substances identifiées par la DCE, de par leurs propriétés physico-chimiques variées, peuvent être présentes dans différents organes des organismes aquatiques. Certaines molécules vont avoir tendance à s'accumuler dans les parties grasses alors que d'autres peuvent être plus uniformément réparties. De plus, en fonction de l'objectif de protection visé par la NQE (santé humaine via la consommation ou protection des prédateurs supérieurs), la surveillance pour les poissons est préconisée suivant les cas, soit dans le filet, soit dans le poisson entier (guide européen de 2014). Or les analyses dans le poisson entier sont plus difficiles à mettre en œuvre, que ce soit en matière de préparation d'échantillon (broyage, homogénéisation), ou de processus analytique (effets matriciels supplémentaires notamment). De plus, de nombreux laboratoires prestataires notamment ceux qui effectuent des analyses dans le domaine alimentaire sont déjà habitués à des analyses dans le filet.

Par ailleurs, le projet de surveillance biote, au niveau national, prévoit également l'utilisation d'une surveillance active à l'aide de gammars encagés. Ce type de support se prête également bien à la mise en lumière des relations pression-état. Le recours à l'encagement de gammars est également recommandé pour inférer un risque de dépassement des NQE biote se rapportant au poisson, sur les stations où le prélèvement de poisson n'est pas envisageable.

Il est donc nécessaire de vérifier la compatibilité des méthodes analytiques développées dans le filet pour application sur poisson entier (carcasse) et sur une matrice alternative au poisson (gammars).

L'action se déroulera sur deux années : une première année (2017) de validation analytique (au laboratoire) et une deuxième année (2018) de mesure de terrain. A terme, elle visera à établir des facteurs de conversion filet-poisson entier pour les espèces de poisson les plus représentatives au niveau national pour l'HCBD, le Dicofol, l'HBCDD, le PFOS, les PCB indicateurs.

L'étude en 2017 visera certaines substances dont la surveillance est exigée dans le poisson entier : dicofol et HBCDD. Pour les gammars, les substances dicofol, heptachlor/heptachlor epoxide, PFOS et HBCDD seront évaluées. A ce jour, ces méthodes mettent en œuvre des procédés de traitement d'échantillon et d'analyse variés. Chacune de ces méthodes sera appliquée à des mesures pratiquées sur des poissons entiers et des gammars et les performances analytiques (rendement notamment) seront déterminés. Pour les poissons, la variabilité des méthodes pour le filet/entier sera évaluée sur diverses espèces parmi celles retenues pour la surveillance (truite, chevaine, barbeau, etc...). Les méthodes seront au besoin adaptées en fonction des interférences matricielles observées. Cette action permettra également de distinguer les difficultés opérationnelles depuis la préparation des échantillons jusqu'à l'analyse du poisson et des gammars afin d'émettre des recommandations dans les futurs guides ou cahier des charges sur ces aspects.

En 2018, une étude complémentaire sera mise en œuvre afin d'apporter des éléments pour justifier (ou pas) d'une surveillance sur le filet au niveau français (afin de pouvoir se déroger de la recommandation de l'UE à l'exemple de l'Allemagne). Cette étude verra l'application sur des poissons prélevés en milieu naturel des méthodes analytiques développées pour le poisson entier et est en lien avec l'action 25 du programme ONEMA (numéro 2316) « Approche graduée pour la surveillance dans le biote : Campagnes in situ pour tester l'applicabilité des supports gammars, poissons et échantillonneurs passifs ». Par comparaison entre les mesures sur poissons entiers avec des mesures effectuées sur des filets, elle visera en particulier à établir des facteurs de conversion. Elle

consistera à effectuer des analyses d'échantillons provenant de sites de la surveillance DCE sur 2 espèces de poisson (définis suivant les orientations données par le GT biote) et sur les 2 matrices filet et poisson entier. Les concentrations mesurées dans chacun des compartiments et des espèces permettront de déterminer la répartition et présence des contaminants dans les matrices suivies et la variabilité suivant les espèces et leur taille. Les analyses de PFOS, dicofol et HBCDD seront effectuées par l'INERIS et celles d'HBCD et de PCB indicateurs sera mise en œuvre par un laboratoire partenaire. Les résultats seront exploités pour établir des facteurs de conversion filet/entier. Ces facteurs de conversion s'appuieront sur les travaux effectués précédemment par l'Irstea.

D1b - Développement et validation de méthodes analytiques - Substances Watch List

- Méthode d'analyse pour les nouvelles substances à surveiller – **BRGM** - 2018

Une première liste de vigilance de 10 substances ou groupes de substances qui doivent être surveillées dans les eaux annuellement a été adoptée par l'Europe en mars 2015. Il s'agit d'estrogènes, de composés phytosanitaires (herbicide, insecticide, de pesticides, de composés pharmaceutiques (anti-inflammatoires, antibiotiques), de cosmétiques et de produits industriels (antioxydant). Pour assurer la surveillance de ces substances de familles chimiques très variées, les méthodes doivent être développées afin de respecter des limites de quantification requises et de prendre en compte la totalité de l'eau (phase dissoute et phase particulaire). Le développement a été découpé par familles chimiques et filières analytiques entre le BRGM (diclofénac, méthiocarb, oxadiazon, azithromycine, clarithromycine, érythromycine, imidaclopride, thiaclopride, thiamethoxam, clothianidin, acétamipride tri-allate), l'INERIS (2,6-ditert-butyl-4-méthylphénol et 2-éthylhexyl 4-méthoxycinnamate) et le LNE (17-alpha-éthinyloestradiol, 17-béta-estradiol, estrone) et réalisé en 2015.

L'évolution de la liste de vigilance était initialement prévue pour 2016. Suite au report de la mise à jour de cette liste par la commission européenne, le développement de méthode initialement prévu pour 2017 est décalé à 2018.

D1c - Développement et validation de méthodes analytiques - Substances Pertinentes

D1c1 – Eaux de surface (ESU) continentales

- Acide monochloroacétique dans l'eau – **INERIS**- 2016

Ce développement de méthode d'une substance de la liste des substances pertinentes était prévu en 2015 mais a été basculé en 2016 à cause de la substitution dans ce programme des substances de la liste de vigilance.

L'acide monochloroacétique de la famille des acides haloacétiques (AHA) est très hydrophile ($\log D_{pH=7} = -3,76$ pour), ce qui rend son extraction très difficile, et les méthodes analytiques appliquées jusqu'ici sont trop peu robustes pour permettre une surveillance fiable de cette substance dans l'environnement. Cette substance pertinente ayant été classée en liste B, un développement de méthode est proposé pour 2016. Ces travaux s'appuieront sur le recensement bibliographique des différentes méthodes et stratégies des méthodes de laboratoires pour l'analyse de substances polaires et ioniques effectué en 2013.

D1c2 – Sédiments

- Phénols dans les sédiments – **INERIS**- 2016

Les nonylphénols et octylphénols sont classés comme substances prioritaires par la DCE. Ces composés sont notamment suspectés d'être des perturbateurs endocriniens. De nombreux autres alkylphénols présentant des propriétés physico-chimiques proches de ces substances ont ainsi été inclus dans la liste des substances pertinentes. Ces composés étant majoritairement hydrophobes, la surveillance s'effectuera sur la matrice sédiments. Les composés ciblés sont :

- 4-tert-butylphénol
- Dodecyl phénol
- 4-sec-Butyl-2,6-di-tert-butylphénol
- 2,6-di-tert-butyl-4-phenylphénol

- Tétrabromo bisphénol A (TBBPA)
- Tétrabromobisphénol A bis(2,3-dibromopropyl éther)

Ces composés seront analysés préférentiellement avec la même technique que pour les nonylphénols (pour obtenir une analyse simultanée).

- Diéthylplomb dans les sédiments – **LNE**, BRGM – 2017 / 2018

Le diéthyl plomb dans les sédiments a été identifié comme faisant partie de la liste des molécules à surveiller dans la catégorie B, c'est-à-dire à surveiller à partir de 2019. Le diéthyl plomb constituait l'un des produits de dégradation des composants des produits antidétonants pour carburants. Peu de données existent dans la littérature sur des méthodes d'analyse capables d'atteindre de façon fiable la LQ (0.6 µg/kg poids sec) et, comme mis en évidence dans le livrable Aquaref¹, un seul laboratoire est actuellement en mesure de pouvoir effectuer les analyses. Le manque de solutions étalon adéquates pose également un problème dans la mise en œuvre de méthodes d'analyse.

En 2017 : Il s'agira de dresser un état de lieu des méthodes existantes ainsi que de fixer des lignes guides pour le développement d'une méthode adaptée. Un point particulier sera également réalisé sur la problématique des étalons.

En 2018 : La méthode sélectionnée sera développée et validée selon les référentiels en vigueur.

- Galaxolide et méthyltriclosan dans les sédiments – **BRGM** – 2017

Le galaxolide et le méthyltriclosan font partie de la liste des molécules à surveiller dans les sédiments à partir de 2019, la consultation auprès des laboratoires ayant montré que les limites de quantification ne sont pas atteignables actuellement. Une méthode d'analyse sera développée en 2017 pour ces 2 composés.

- Molécules dans les sédiments – **INERIS** – 2017/2018

Des développements de méthodes sont planifiés pour appuyer la mise en œuvre de l'arrêté surveillance en 2017 et 2018. Les priorités seront basées sur le rapport établi en 2013¹.

Pour 2017, de par la difficulté à les analyser, surtout aux LQ prévues dans l'arrêté surveillance, les pyréthriinoïdes ont été identifiés comme famille d'intérêt.

Les deltaméthrine et tétraméthrine font partie de cette famille. Ils sont particulièrement utilisés en temps qu'insecticides ménagers, notamment comme répulsifs contre les insectes. Ces substances sont particulièrement hydrophobes ce qui implique une recherche plus pertinente dans les sédiments ou les biotes. Ils sont particulièrement sensibles à la lumière ce qui peut entraîner des problèmes analytiques/nécessiter des précautions particulières. La deltaméthrine et tétraméthrine font partie de la liste des substances pertinentes, classées en liste B en raison des faibles LQ exigées (2 et 1 ng/g respectivement).

Une méthode par LC/MS/MS a été utilisée pour la recherche de la deltaméthrine et la tétraméthrine lors de l'étude exploratoire. L'extraction dans ce cadre était effectuée par micro-ondes. Afin de simplifier le protocole analytique et dans le prolongement d'études précédentes, le test par extraction avec Quechers avec des étalons isotopiques spécifiques sera également évalué.

La perméthrine (LQ de 5 ng/g) est également une substance classée dans la famille des pyréthriinoïdes. Même si cette molécule présente de nombreuses similarités moléculaires avec la deltaméthrine et la tétraméthrine, cette substance ne s'analyse généralement pas en LC/MS/MS (à la différence des 2 autres pyréthriinoïdes cités, elle est dépourvue d'atome d'azote et donc ne s'ionise pas bien).

Pour l'étude exploratoire, cette molécule était extraite des sédiments par micro-ondes suivi d'une analyse par GC/MS/MS. Cette méthode était également utilisée pour l'analyse du lambda cyalothrine également classée comme substances pertinentes (1 ng/g LQ exigées). Afin de simplifier le protocole analytique et dans le prolongement d'études précédentes, l'extraction par Quechers avec des étalons isotopiques spécifiques sera également évaluée.

Pour 2018, la liste des substances prévues pour le développement sera finalisée en fin d'année 2017 au vu des premiers retours sur les difficultés opérationnelles observées par les laboratoires

¹ Recommandations sur les substances pertinentes nécessitant un développement ou une validation de méthodes analytiques pour une transposition au niveau des laboratoires de routine, F. Lestremau, L. Amalric (2013).

prestataires notamment lors des visites de laboratoires.

D1c3 – Eaux souterraines (ESOU)

- Méthode d'analyse pour les métabolites de pesticides – **BRGM** – 2016 / 2017 / 2018

Dans le suivi de la qualité des milieux aquatiques, la prise en compte des produits de dégradation des substances présentes devient incontournable pour identifier et caractériser des sources de contamination, et connaître les différentes voies de transfert. La veille concernant ces substances émergentes est assurée via le thème F avec notamment la mise en évidence des besoins analytiques pour les métabolites de pesticides priorités sans méthode d'analyse. Pour fiabiliser la surveillance de ces métabolites, des développements de méthodes seront réalisés. Pour 2016, le développement concernera les métabolites OXA et ESA des chloroacétanilides identifiés comme pertinents en 2015 par le thème F. Le choix des développements réalisés en 2017 et 2018 s'appuiera sur les avancées des travaux du thème F (action F1a).

- Méthodes d'analyse pour les substances à surveiller dans les ESOU – **BRGM** – 2016/2017/2018

Pour appuyer la mise en œuvre de l'arrêté surveillance dans les eaux souterraines, des développements de méthodes doivent être réalisés. Le choix des substances est basé sur le rapport établi en 2013¹ et concerne des substances positionnées en liste B ou présentant des LQ basses. La priorité est mise sur les molécules pour lesquelles les laboratoires ne disposent pas de méthode. Les 6 substances béflubutamide, N,N-diméthyl-N'-p-tolylsulphamide, sotalol, norfloxacin, hydrazide maléique et N-butyl benzène sulfonamide, ont été retenues. On étudiera tout d'abord la répartition des filières analytiques pour ces 6 substances et dans l'hypothèse d'un besoin de plusieurs filières, elles seront développées successivement.

D1d - Étude de l'impact de la fraction analysée pour la surveillance

D1d1 - Prise en compte des MES avec application SBSE – **INERIS, BRGM, Irstea** – 2016

Cette action est la suite d'une action entamée dans le programme 2015 et en partie décalée suite aux travaux sur la liste de vigilance.

La SBSE est une technique de pré-concentration d'échantillon qui permet d'améliorer les performances analytiques notamment en termes de limite de quantification et de simplification de mise en œuvre du protocole expérimental.

La SBSE a ainsi été utilisée lors de l'étude exploratoire lorsque des limites de quantification très basses devaient être atteintes. Cette technique est principalement employée avec de l'eau filtrée. Concernant son application dans l'eau brute, de nombreuses questions demeurent.

L'analyse des substances de l'arrêté surveillance impose une surveillance des eaux brutes. Des limites de quantification particulièrement basses sont exigées sur certaines molécules classées en liste B. Ainsi, il est proposé de tester l'application de la SBSE pour l'analyse des eaux brutes en plongeant directement le barreau extractant dans l'échantillon d'eau brute. Pour les molécules semi-polaires, il est attendu une partition entre la phase dissoute et particulaire qui pourraient être corrigés par l'emploi d'étalons internes pertinents.

Cette action permettra également de renforcer les connaissances sur l'application de cette technique utilisée en passif in situ.

Il est proposé de tester cette application sur des pesticides faisant partis des substances pertinentes.

D1d2 - Etude de l'impact de la fraction analysée et de la filtration pour la surveillance : Etude de l'impact de la filtration sur la quantification de paramètres organiques dans les eaux dans la perspective d'une évolution de la surveillance - **LNE, BRGM, INERIS, Irstea** – 2018(-2019)

Les directives 2008/105/CE et 2013/39/UE mentionnent que pour les substances organiques la surveillance doit être réalisée sur la « concentration totale dans l'échantillon d'eau entier ». Par défaut,

cette précision renvoie à la prise en compte (lors de l'échantillonnage et de l'analyse) de la fraction dissoute et de la fraction particulaire. Cette disposition a également été reprise dans la décision d'exécution 2015/495 concernant la liste de vigilance.

AQUAREF soutient le principe d'autoriser pour certaines molécules l'analyse sur phase dissoute en lieu et place de l'eau brute. AQUAREF soutient également le besoin de clarifier cette opportunité dans un cadre réglementaire européen et national en conservant une pertinence environnementale pour la surveillance afin de garantir 1/ la comparabilité des données à l'échelle européenne 2/ une égalité des chances dans les appels d'offres des marchés de surveillance. Ainsi, elle permettrait d'autoriser sur des bases claires et partagées, l'utilisation de techniques d'analyse récentes pour lesquelles, en fonction des substances et des techniques (cf réponse AQUAREF à la lettre ASLAE 2016).

Pour consolider ces positions au niveau national et européen dans le cadre de la révision de la DCE qui s'engagera dès 2019, il est nécessaire de disposer d'éléments techniques objectifs pour soutenir ces positions.

En 2018 : AQUAREF propose de travailler à la construction d'un tableau national (travail initié dans le cadre des révisions annuelles des guides de recommandations techniques AQUAREF dès 2013) des substances réglementées, prioritairement SP et PSEE mais également Watch List et SPAS, pour lesquelles l'analyse sur eau brute ne serait pas exigée. Une liste de substances pour lesquelles ces "dérogations" ont été autorisées existe déjà (Guide AQUAREF 2016) mais elle devra être consolidée et complétée. Afin de recueillir un socle d'informations plus large et donc de définir des recommandations plus robustes, il est envisagé d'engager des échanges au-delà des 5 laboratoires du consortium : laboratoires académiques, laboratoires prestataires, analyse des bases de données nationales.

En 2019, selon les conclusions et verrous qui auront été identifiés par l'étude 2018, AQUAREF pourrait mettre en place, seul ou en collaboration avec certains laboratoires volontaires, des essais pour consolider certaines indications manquantes ou insuffisantes. Ces essais ne sont pas financés à la date de rédaction de cette fiche.

D1e - Évaluation de solutions techniques alternatives

D1e1 - Évaluation de solutions techniques alternatives - état des lieux des pratiques des laboratoires (enquêtes) pour les techniques d'extraction récentes – BRGM, Irstea – 2017

Cette action faisait partie du programme 2015 mais a été décalée suite aux travaux sur la liste de vigilance.

Des techniques d'extraction sont nouvellement appliquées dans le domaine de l'environnement : l'extraction sur disque large (SPE-DEX®), l'extraction sur barreau aimanté recouvert d'absorbant (SBSE), l'extraction et le traitement d'échantillon par la technique QUeChERS.

Seule la technique d'extraction sur disque large SPE-DEX® fait l'objet de 3 normes européennes pour le domaine environnemental depuis 2014 (HAP, POC, PBDE) car elle permet d'atteindre les LQ nécessaires et de prendre en compte les MES. La technique SBSE est particulièrement attractive pour l'atteinte de limites de quantification basses de micropolluants dans les eaux. Ces 2 techniques, de par l'emploi d'étalons internes ou l'application d'une correction de rendement, peuvent être appliquées à des échantillons différemment chargés en MES au regard de la bibliographie ou des premiers essais réalisés par Aquaref (INERIS – BRGM). L'approche par QUeChERS représente une alternative intéressante pour la mesure de contaminants dans les matrices solides notamment dans les sédiments.

Ces techniques sont susceptibles d'être utilisées par les laboratoires pour le monitoring environnemental car elles sont, suivant les cas, plus rapides que les méthodes conventionnelles, automatisées, moins gourmandes en solvant, moins coûteuses, et permettent d'atteindre une LQ très basse.

En 2016, une journée technique Aquaref autour de la présentation et des avantages apportés par ces outils est programmée (Journée technique - Techniques d'extraction ; D3a1).

Tous ces éléments font qu'à l'issue d'une validation par le laboratoire, ces techniques pourraient être

appliquées au suivi réglementaire environnemental.

Ces techniques ne semblent pas faire l'objet de pratiques accréditées dans les laboratoires au regard des données disponibles sur le site du Cofrac (recherche 2014-2015). Afin de connaître le degré d'utilisation de ces méthodes par les laboratoires, une enquête concernant leur implantation dans les laboratoires prestataires va être menée en 2017 (besoin identifié initialement par Aquaref pour 2016). Cette action s'attachera à recueillir les informations concernant les substances et matrices analysées, les performances des méthodes, les blocages éventuels, pour les 3 techniques.

Cela permettra notamment de statuer sur leur besoin de les inclure dans la liste « Méthodologie à appliquer pour les micropolluants organiques en fonction de la concentration en MES » du guide analyse Aquaref (*Opérations d'analyse physico-chimique des eaux et des sédiments en milieu continental dans le cadre des programmes de surveillance DCE - Recommandations techniques*), de prioriser le soutien de travaux techniques Aquaref et à la normalisation, de prévoir des journées techniques spécifiques sur chacune de ces techniques et de se prononcer sur le besoin ou pas d'un EIL.

D2 –Élaboration et maintenance des guides techniques

Au travers de l'action D2, les connaissances acquises lors des travaux de l'action D1 sont synthétisées sous forme de recommandations utilisables par les opérateurs et par les donneurs d'ordres pour border les conditions d'exercice de la surveillance par les prestataires répondant aux appels d'offres des AEs ou DREALs.

Annuellement, les experts Aquaref procèdent à la revue des derniers travaux techniques d'Aquaref publiés susceptibles d'abonder les guides techniques et les insèrent dans les différents guides.

D2a1 - Guide technique « analyses dans les rejets » – INERIS, LNE, BRGM – 2016/2017/2018

La rédaction d'un guide de recommandations techniques applicable aux rejets canalisés des ICPE et STEU a été engagée en 2012, sur un mode collaboratif au travers du SGT 8 rassemblant des experts AQUAREF et des experts issus des laboratoires prestataires du RSDE spécialistes de l'analyse des rejets et matrices chargées en MES. Ce fonctionnement a montré ses limitations en 2014, par un positionnement en « balancier » des prestataires, soutenant un durcissement des exigences techniques tout en s'opposant à leur mise en œuvre pour des raisons économiques.

Pour 2016 et 2017, AQUAREF propose d'élaborer la production de recommandations sur l'analyse des rejets sur un mode similaire à celui mis en œuvre pour les milieux.

D2a2 – Guide technique analyse « analyse des milieux, eaux et sédiments » – INERIS, LNE, BRGM, Irstea – 2016/2017/2018

Aquaref a préparé un guide technique pour l'analyse des eaux et des sédiments en milieu continental. Pour rester pleinement opérationnel, ce guide doit être régulièrement revu, et le cas échéant, complété. Le BRGM, l'Irstea, le LNE et l'INERIS effectueront cette revue et apporteront les compléments nécessaires.

Une revue annuelle est envisagée afin de proposer un guide à jour des modifications techniques et normatives récentes.

Pour répondre au besoin de la mise en place du suivi chimique sur biote dès la fin 2017, les travaux d'Aquaref pour 2017 se focaliseront uniquement sur l'élaboration de recommandations techniques sur l'analyse de cette matrice. Les recommandations techniques seront basées sur les travaux développés précédemment et les avancés des connaissances dans ce domaine (en lien avec les actions « biote » du thème A).

D2a3 - Guide technique analyses « eaux littorales » - IFREMER, BRGM, LNE – 2017

Entre 2002 et 2005 l'Ifremer avait publié une série de fascicules sur les méthodes d'analyses en milieu marin, à destination des organismes réalisant des analyses aussi bien qu'à destination des gestionnaires de l'environnement. Les fascicules correspondaient notamment aux analyses pratiquées dans le cadre des programmes de suivi et d'études du milieu marin.

La liste des molécules à rechercher ainsi que les exigences de performance analytiques ont évolué en lien avec l'évolution du contexte réglementaire (directives cadre européennes, conventions internationales) et demande donc une actualisation de l'exercice, sous la forme d'un recueil de recommandations pour la prise en charge des échantillons de biote et de sédiments, leur analyse à des niveaux de performance compatibles avec les enjeux de qualité du milieu marin, et l'archivage organisé des résultats d'analyse qui constitue un patrimoine à la disposition des citoyens, des gestionnaires et des chercheurs.

Ce guide technique des analyses des "eaux littorales" permettra de compléter l'offre d'Aquaref pour encadrer les analyses de la surveillance des eaux, en particulier pour la mise en œuvre du programme de surveillance de la DCE et de la DCSMM. Il s'appuiera sur l'expérience acquise par l'Ifremer depuis de nombreuses années dans la mise en œuvre du réseau de surveillance de la contamination chimique (ROCCH).

D2b – Rédaction d'un guide technique de recommandations pour la réalisation des études de stabilité et d'homogénéité des échantillons prélevés dans le cadre de la surveillance des milieux – LNE – 2016

Cette action faisait partie du programme 2015 mais a été décalée suite aux travaux intercalés sur la liste de vigilance.

Le propos de ce guide est de recommander les plans d'expérience optimaux pour réaliser des études de stabilité et d'homogénéité des substances chimiques dans des échantillons d'eau, afin que les durées de conservation des échantillons avant analyse puissent être revendiquées et prescrites sur des bases scientifiquement justifiées. Une version préliminaire du guide a été rédigée en 2014. Cette première version incluait une définition des concepts, des propositions de plan d'expérience à mettre en œuvre ainsi que des outils statistiques pour traiter les résultats des études de stabilité d'essai évaluer la stabilité.

En 2015, des essais ont été réalisés dans le cadre de l'action C1c en appliquant les premières recommandations de ce guide.

En 2016, les résultats de ces études permettront d'évaluer et de comparer les divers outils statistiques proposés. L'ensemble de ces éléments constituera le premier retour opérationnel de ce guide et permettra de le finaliser. Après finalisation, ce guide pourra être porté en normalisation (Afnor T90Q ou ISO/TC147/SC2/WG48) dans le cadre de la fiche action H.

D2c- Application du protocole de vérification des LQ dans les sédiments - BRGM – 2016

En l'absence de texte normatif permettant de disposer du protocole de vérification de la limite de quantification dans les matrices solides et devant la variété des pratiques entre les laboratoires, un

protocole pour les sédiments a été proposé par Aquaref dans le cadre des travaux 2014 (Limite de quantification d'une méthode d'analyse chimique d'un sédiment : propositions pour l'application de la norme NF T90-210 - Aquaref_2014_D3d_BRGM_LQ_sédiment_VF.pdf). Ce protocole sera appliqué en 2016 à l'analyse des métaux afin de confirmer l'atteinte des valeurs réglementaires.

D3 -- Mise en œuvre et évaluation

Au travers de l'action D3, les améliorations des conditions d'analyses des substances objet de la surveillance des milieux sont disséminées vers leurs utilisateurs potentiels. Cette sous-action permet également de lier les documents techniques Aquaref avec leurs conditions d'utilisation. Elle contribue également à élaborer les outils nécessaires au contrôle de fonctionnement, tels que MRC, EILs ainsi qu'à accompagner l'appropriation des nouveaux outils d'extraction.

D3a - Journées techniques « analyse » à destination des laboratoires

De 2011 à 2015, pour faire suite aux difficultés constatées sur la mesure de certains composés organiques notamment au travers de la qualité des performances en essai inter laboratoires, des journées d'information ont été proposées par Aquaref aux laboratoires prestataires (organoétains, phtalates, chloroalcanes à chaînes courtes, composés perfluorés, polybromodiphényléthers, alkylphénols et parabènes). Lors de ces sessions, des solutions opérationnelles permettant l'amélioration des résultats de ces analyses ont été présentées aux participants en situation. Le retour d'expérience de ces journées techniques a mis en exergue la demande des participants pour le renouvellement de ce type de rencontres, créant un espace d'échange entre participants.

D3a1 - Techniques d'extraction – INERIS– 2016

Cette action faisait partie du programme 2015 mais a été décalée suite aux travaux sur la liste de vigilance.

L'évolution des techniques de laboratoire et particulièrement des « nouvelles » techniques d'extraction permettent d'envisager une simplification ou/et une amélioration des protocoles analytiques. Leur utilisation peut ainsi conduire à une amélioration des performances analytiques et/ou une réduction des coûts. Ainsi, les techniques de types QuEChERS, SPME, SBSE, SPE en disque, SPE en ligne ont fait l'objet de travaux d'évaluation lors des précédents programmes Aquaref. De plus, ces techniques commencent à être incorporées dans des méthodes de référence à l'exemple de la SPE en disque appliquée pour les méthodes du mandat 424 ou de la SPME pour la mesure des COV (norme ISO 17943). Certaines techniques de type SBSE sont également nécessaires afin de pouvoir atteindre des limites de quantification basses comme celles requises dans la liste B des substances pertinentes de l'arrêté surveillance d'août 2015.

Ainsi, une journée technique sera organisée afin de présenter ces techniques et souligner leurs avantages et les limitations pour leur application dans les programmes de surveillance.

D3a2 - Journée technique sur les substances pertinentes pour la surveillance – INERIS, LNE, BGRM – 2017

A la suite de la campagne exceptionnelle (2011), de l'étude prospective (2012) et des exercices de priorisation (2013-2014), un nombre significatif de paramètres chimiques dits « substances pertinentes à surveiller » a été inclus dans la surveillance au travers de la révision de l'arrêté surveillance (août 2015) et de l'avis LQ (à paraître) relatif à l'arrêté agrément. Ces paramètres dont la surveillance doit être conduite en métropole et dans les DOM incluent des paramètres organiques, inorganiques et organométalliques. Des difficultés quant à la maîtrise du processus de mesure depuis l'échantillonnage jusqu'à l'analyse finale sont d'ores et déjà pressenties pour bon nombre d'entre elles. Aussi, il apparaît important d'organiser rapidement une journée technique à destination des laboratoires afin de les informer, de les sensibiliser et de leur donner des clés pour anticiper les difficultés qu'ils pourront rencontrer.

D3a3 – Journée technique sur les substances de la liste de vigilance - **BRGM, INERIS, LNE** – 2018

Suite à la parution de la liste de vigilance début 2015, des développements de méthodes sont effectués en 2015 par le BRGM, le LNE et l'INERIS. Ces méthodes vont permettre de supporter les campagnes de mesures prévues en 2016 et 2017 et de fournir des données d'occurrence. Un bilan des différentes campagnes effectuées par les partenaires européens permettra de statuer sur la pertinence de la surveillance de ces substances. Les substances retenues pour intégrer la liste des substances prioritaires devraient être fixées fin 2017. Une journée technique sera organisée en 2018 afin de présenter aux laboratoires prestataires les méthodes développées par Aquaref pour ces substances.

D3a4- Potentiel et applications de la technique LC-HRMS (target et non target screening) – **BRGM, INERIS** - 2018

La surveillance des milieux aquatiques est en train d'évoluer vers l'intégration systématique de stratégies bio-analytiques combinant outils biologiques, analyses physico-chimiques et techniques de non target-screening. Ces évolutions sont traitées au niveau du thème F dont les travaux de 2016 à 2018 portent largement sur les méthodologies de « non-target screening ». Il est donc proposé en 2018 de faire un retour auprès des acteurs de la surveillance des milieux aquatiques (agences de l'eau, laboratoires, donneurs d'ordre) sur les potentialités et les applications de la technique LC-HRMS pour le suivi de composés définis (target) et la recherche de composés non ciblés (non target screening).

D3b – Comparaisons interlaboratoiresD3b1- Étude du prétraitement des sédiments – **BRGM, Irstea** – 2017/2018

Les essais interlaboratoires sur les matrices solides et notamment sur les sédiments sont jusqu'à présent réalisés sur des échantillons préparés par l'organisateur de l'essai. Les matériaux sont séchés, tamisés et broyés avant d'être envoyés aux laboratoires. Cela permet de disposer de matériaux parfaitement homogènes et stables, mais en contrepartie limite fortement l'intérêt de ces essais car les étapes de préparation des échantillons par les laboratoires ne sont jamais prises en compte.

Afin de prendre en compte l'impact de la préparation des sédiments dans les résultats des essais d'intercomparaison, un EIL sur sédiments bruts sera organisé avec les OCILs en 2018. Le cahier des charges dont la liste des substances, sera défini en 2017, à l'issue de la réflexion initiée en 2015.

Le budget 2018 pour la réalisation de l'EIL sera chiffré précisément en 2017, sur la base du cahier des charges et des essais de faisabilité.

D3c - Document prénormatif

D3c- Rédaction du protocole de détermination du potentiel d'oxydoréduction dans les eaux en vue de sa normalisation – **BRGM** - 2018

Le paramètre Potentiel redox fait partie de l'arrêté du 07/08/2015 qui concerne la surveillance régulière des eaux souterraines (Tableau 44. – Paramètres de l'analyse régulière du contrôle de surveillance de l'état chimique des eaux souterraines). C'est un paramètre à mesurer in situ, comme le pH, la conductivité, la turbidité. Tous les paramètres de mesures in situ possèdent une norme d'analyse pour leur détermination (ISO, EN ou NF) à l'exception du potentiel redox. Aussi, il est proposé de rédiger un protocole d'analyse pour sa détermination, en vue de sa normalisation au moins au niveau national, afin de consolider cette mesure et garantir une qualité équivalente aux autres paramètres in situ.

D3d – Retour d'expérience terrain

*D3d– Visites de laboratoires – **BRGM, INERIS, LNE**- 2016/2017/2018*

Le retour et ressenti des laboratoires sur la mise en place de la surveillance des substances réglementées est parfois difficilement perceptible lors de réunions organisées en leur présence commune. En effet, les laboratoires préfèrent ne pas dévoiler à leurs concurrents potentiels leurs avancées techniques ou leurs limitations rencontrées dans ce cadre.

Ainsi, en 2010/2011, des visites avaient été effectuées auprès de laboratoires agréés. Ces visites, qui n'ont pas vocation à être des audits, avaient permis d'instaurer un dialogue ouvert avec les laboratoires et ainsi permis de faire remonter les points positifs ou les limitations dans l'application de l'analyse des substances réglementées et les difficultés dans la mise en œuvre de l'agrément.

Il est ainsi proposé en action continue sur les années 2016 à 2018 d'organiser des visites auprès des laboratoires prestataires. Chaque visite sera effectuée avec 2 personnes d'instituts différents.

D3e - Valorisation

*D3e - Valorisation des travaux techniques Aquaref – **INERIS, BRGM**– 2016/2017/2018*

Le besoin d'amélioration de la valorisation des travaux d'Aquaref, pour une dissémination et un transfert vers le plus grand nombre des acteurs de la surveillance, et de la communauté scientifique, a été souligné à de multiples reprises. Cette action visera à présenter à une large audience les travaux développés dans le thème D notamment via la participation à des workshops ou à des conférences.

Communication

Les travaux issus du thème D1 feront l'objet de fiches méthodes ou de rapports qui seront diffusés via le site Aquaref. Ces documents librement consultables sont à destination des laboratoires prestataires.

Les journées techniques constituent en elles-mêmes une action de communication des travaux Aquaref. Les visites de laboratoires, perçues non comme des « audits supplémentaires », mais comme une occasion de démonstration d'expertise et de remontée d'information, permettent de délivrer une information didactique sur la finalité des travaux d'Aquaref et leur articulation avec les exigences réglementaires.

Les utilisateurs finaux des documents produits sont informés des travaux dans le cadre de leur participation volontaire aux journées techniques, aux réunions de normalisation, et par leur diffusion via le site Aquaref. Des séminaires périodiques organisés dans le cadre général d'Aquaref permettent de renforcer cette diffusion et de recueillir le sentiment des utilisateurs potentiels.

Valorisation et transfert

Les travaux développés en D1 sont intégrés dans des guides techniques (D2) et font l'objet de journées techniques (D3) et de communications lors de séminaires organisés par Aquaref ou par d'autres acteurs institutionnels ou corporatifs de la surveillance des milieux. Les connaissances acquises sur la conservation de l'échantillon au cours de l'étude de cette étape dans le développement d'une méthode seront transférées vers le thème C pour enrichir les recommandations en termes de pratiques de prélèvement.

Les résultats constituant l'amélioration d'une méthode officielle, ou la production d'un référentiel incontournable pour la production de données (dosage de familles, de mélanges industriels, par exemple) seront portés en normalisation (Thème H).

Toutes les études entreprises dans ce thème contribuent à développer l'expertise d'Aquaref et alimenteront les recommandations qui seront faites dans le cadre de l'appui aux prescripteurs et donneurs d'ordres (guides techniques D2, thème A).

Les aboutissants de ces guides techniques sont délivrés à l'ONEMA et à la DEB pour être valorisés dans le cadre d'un processus assurant leur reconnaissance nationale.

Les remontées d'informations collectées dans les cadres des journées techniques permettent de

réajuster les activités de développement, en particulier leur priorisation et leur formalisme.

La sous-action D3 permet également de préparer formellement le transfert à la normalisation de protocoles techniques stabilisés.

2. Travaux antérieurs

Concernant les développements de méthode (D1), une grande partie des travaux Aquaref a été consacrée à appuyer la mise en place de la DCE par l'obtention de méthodes permettant de répondre aux critères de performances exigés. Ainsi, les travaux ont principalement été focalisés sur les substances prioritaires.

A partir de 2012, certains développements de méthodes ont été effectués sur les substances dont l'ajout à la révision de la liste des substances prioritaires de la DCE était probable (PFOS, HBCDD, certains phytosanitaires...) (D1a).

Suite à l'étude exploratoire, certains travaux ont également été programmés en 2015 sur des substances ayant été incluses dans la liste de l'arrêté surveillance. Cela concerne notamment certains pesticides ou les parabènes (D1b).

Sur le biote, la plupart des substances prioritaires visées dans cette matrice a été traitée. Ainsi, des fiches méthodes sont disponibles pour les PBDE (MA-07), le mercure (MA-02), l'hexachloro benzène et l'hexachloro butadiène (MA-31), les PFOS (MA-46), le HBCDD (MA-50) avec des travaux sur les HAP en 2015.

Les travaux sur la liste initiale de la liste de vigilance ont été réalisés en 2015 en remplacement de certaines actions de ce programme.

De nombreux travaux du thème D ont également été consacrés à développer, et valider de nouvelles techniques de laboratoires afin de proposer des méthodes présentant de meilleures performances (techniques et environnementales en limitant par exemple l'utilisation de solvants). Ces travaux englobent, entre autres, les techniques, Quechers, SBSE, SPE en ligne, SPE en disque.

Enfin, certains travaux ont visé à utiliser les potentialités des nouvelles techniques de laboratoire pour proposer des solutions répondant aux spécificités des DOM (envoi d'extraits en métropole pour analyses).

Pour D2, les guides techniques « analyse des rejets canalisés » et « analyse des eaux milieux » ont été élaborés et ont été annuellement mis à jour en fonction de l'amélioration des connaissances obtenues notamment dans le cadre des travaux Aquaref.

Dans le cadre de D3, des journées techniques ont été organisées depuis 2011 principalement sur les substances prioritaires (organoétains, phtalates, chloroalcanes à chaînes courtes, perfluorés, polybromodiphényléthers, alkylphénols et parabènes). Ces journées ont permis de rassembler chaque année des utilisateurs directs des méthodes d'analyses développées, venus également affermir leur interprétation du contexte réglementaire associé (alkylphénols, par exemple). Une journée technique sur le "calcul d'incertitude" basée sur l'utilisation du logiciel Mukit a été présentée en 2014.

Le transfert à la normalisation du projet relatif à l'encadrement des méthodes d'analyse multi-classes a été réalisée en 2013 dans le cadre de D3, et transféré en H1 en 2014 pour la normalisation française. Ce protocole est actuellement proposé à la normalisation internationale (ISO) en partenariat avec le RIVM (NL).

Des comparaisons interlaboratoires analytiques consacrées aux médicaments, pesticides, aux paramètres mesurés dans les eaux marines (« nutriments et chlorophylle en eaux littorales ») ou spécifiques aux DOM (chlordécone) ont été mises en œuvre.

Des travaux sur les sédiments avec la détermination des limites de quantification sur cette matrice ont été réalisés.

3. Jalons, étapes et calendrier

Les jalons coïncident avec les résultats décrits dans la section suivante.

4. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Action	Résultats prévus	Opérateur responsable	Organisme partenaire	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1,T2, T3,T4) et année
2016					
D1a2 - Substances prioritaires DCE- dicofol dans le biote	Fiche méthode	INERIS		expert	T4 2016
D1a2 - Substances prioritaires DCE-heptachlor/heptachlor epoxide dans le biote	Fiche méthode	INERIS		expert	T4 2016
D1c1 - Substances pertinentes ESU- acide monochloroacétique	Fiche méthode	INERIS		expert	T4 2016
D1c2 - Substances pertinentes sédiments- Phénols	Fiche méthode	INERIS		expert	T4 2016
D1c3 - Substances pertinentes ESOU- métabolites pesticides (OXA et ESA des chloroacétanilides)	Fiche méthode	BRGM		expert	T4 2016
D1c3 - Substances pertinentes ESOU- polluants pertinents (parmi béflubutamide, N,N-diméthyl-N'-p-tolylsulphamide, sotalol, norfloxacin, hydrazide maléique et N-butyl benzène sulfonamide)	Fiche méthode	BRGM		expert	T4 2016
D1d1 - Prise en compte des MES avec application SBSE	Rapport	INERIS	BRGM, Irstea	expert	T4 2016
D2a1 - Guide analyse rejets - révision guide	Guide	INERIS	LNE, BRGM	expert	T4 2016
D2a2 - Guide analyse milieu - révision guide	Guide	INERIS	LNE, BRGM, Irstea	expert	T4 2016
D2b - Guide stabilité	Guide	LNE		expert	T4 2016
D2c - Application du protocole de vérification des LQ dans les sédiments aux métaux pour vérification de l'atteinte de la LQ	Rapport	BRGM		expert	T4 2016
D3a1 - Journées techniques – Nouvelles techniques d'extraction	Rapport d'activité	INERIS		expert	T4 2016
D3d - Visites de laboratoires : sélection, définition du cadre et du message, élaboration de documents communs, 3 visites et synthèse	Rapport	LNE, BRGM, INERIS		expert	T4 2016
D3e - Valorisation des travaux techniques Aquaref	Présentations, articles, ...	BRGM, INERIS, LNE		averti	Au fil de l'eau
2017					
D1a1 - Substances prioritaires DCE-cyperméthrine dans l'eau	Fiche méthode	INERIS		expert	T4 2017
D1a2 - Substances prioritaires DCE- HAP dans le biote	Fiche méthode	LNE		expert	T4 2017
D1a2- Développement dans le biote	Rapport	INERIS		expert	T4 2017
D1c2 - Substances pertinentes sédiments-Diéthylplomb-préparation solution étalon	Rapport	LNE		expert	T4 2017
D1c2 - Substances pertinentes sédiments-polluants pertinents	Fiche méthode	INERIS		expert	T4 2017

Action	Résultats prévus	Opérateur responsable	Organisme partenaire	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1,T2, T3,T4) et année
2017					
D1c2 - Substances pertinentes sédiments-galaxolide et méthyltriclosan	Fiche méthode	BRGM		expert	T4 2017
D1c3 - Substances pertinentes ESOU- métabolites pesticides	Fiche méthode	BRGM		expert	T4 2017
D1c3 - Substances pertinentes ESOU- polluants pertinents (suite béflubutamide, N,N-diméthyl-N'-p-tolylsulphamide, sotalol, norfloxacin, hydrazide maléique et N-butyl benzène sulfonamide)	Fiche méthode	BRGM		expert	T4 2017
D1e1 - État des lieux des pratiques des laboratoires (enquêtes) pour les techniques d'extraction récentes	Rapport	BRGM	IRSTEA	expert	T4 2017
D2a1 - Guide analyse rejets - révision guide	Guide	INERIS	LNE, BRGM	expert	T4 2017
D2a2 - Guide analyse milieu - révision guide	Guide	INERIS	LNE, BRGM, Irstea	expert	T4 2017
D2a3 - Guide analyse eaux littorales	Guide	IFREMER	LNE, BRGM	expert	T4 2017
D3a2 - Journées techniques – SPAS	Rapport d'activité	INERIS, LNE	BRGM	expert	T4 2017
D3b1 - Comparaisons essais interlaboratoires - Étude de la faisabilité d'un EIL sur sédiments bruts : définition de la méthodologie	Rapport	BRGM	Irstea	expert	T4 2017
D3d - Visites de laboratoires : 4 visites et synthèse	Rapport	LNE, BRGM, INERIS		expert	T4 2017
D3e - Valorisation des travaux techniques Aquaref	Rapport d'activité	BRGM, INERIS, LNE		averti	Au fil de l'eau
2018					
D1a2- Etude dans le biote sur les facteurs de conversion	Rapport	INERIS		expert	T4 2018
D1b – Substances watch list- nouvelles substances à surveiller	Fiche méthode	BRGM		expert	T4 2018
D1c2 - substances pertinentes- polluants pertinents	Fiche méthode	INERIS		expert	T4 2018
D1c2 - substances pertinentes sédiments-Diéthylplomb	Fiche méthode	LNE	BRGM	expert	T4 2018
D1c3 - substances pertinentes ESOU- métabolites pesticides	Fiche méthode	BRGM		expert	T4 2018
D1c3 - substances pertinentes ESOU- polluants pertinents	Fiche méthode	BRGM		expert	T4 2018
D1d2- Etude de l'impact de la fraction analysée et de la filtration pour la surveillance	Rapport	LNE	BRGM, INERIS, Irstea	expert	T4 2018
D2a1- Guide analyse rejets - révision guide	Guide	INERIS	LNE, BRGM	expert	T4 2018
D2a2 - Guide analyse milieu - révision guide	Guide	INERIS	LNE, BRGM, Irstea	expert	T4 2018

Action	Résultats prévus	Opérateur responsable	Organisme partenaire	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1,T2, T3,T4) et année
D2a2 - Journées techniques – Liste de vigilance	Rapport d'activité	INERIS, LNE, BRGM		expert	T4 2018
D3a3 - Journée technique sur le potentiel et les applications de la technique LC-HRMS (target et non target screening)	Rapport d'activité	BRGM	INERIS	expert	T4 2018
2018					
D2a2 - Journées techniques – Liste de vigilance	Rapport d'activité	INERIS, LNE, BRGM		expert	T4 2018
D3a3 - Journée technique sur le potentiel et les applications de la technique LC-HRMS (target et non target screening)	Rapport d'activité	BRGM	INERIS	expert	T4 2018
D3b1- Comparaisons essais interlaboratoires – Organisation d'un EIL sur sédiments bruts	Rapport	BRGM	Irstea	expert	T4 2018
D3c - Protocole de détermination du potentiel d'oxydoréduction dans les eaux en vue de sa normalisation	Rapport	BRGM		expert	T4 2018
D3d - Visites de laboratoires : 5 visites et synthèse	Rapport	LNE, BRGM, INERIS		expert	T4 2018
D3e - Valorisation des travaux techniques Aquaref	Rapport d'activité	BRGM, INERIS, LNE		averti	Au fil de l'eau

5. Perspectives de l'action

L'amélioration des connaissances dans le domaine des micropolluants dans les milieux aquatiques redéfinit régulièrement les contours de la surveillance. Ainsi, les textes réglementaires au niveau Européen via la DCE (et liste de vigilance) et au niveau national à travers les arrêtés évoluent afin d'inclure les nouvelles substances pertinentes identifiées.

L'intégration de ces substances pertinentes peut également provenir d'exercices européens, de campagnes exceptionnelles comme la campagne exceptionnelle sur les polluants émergents de 2012 et des travaux de priorisation issus du thème F.

Afin de supporter la mise en œuvre et l'application de la surveillance routinière pour ces nouvelles substances, il apparaît indispensable de maintenir les activités liées au thème D.

6. Gouvernance

La gouvernance de ce thème est assurée via des réunions entre les acteurs du thème D avec des fréquences annuelles (en mars généralement) afin d'effectuer un bilan des travaux de l'année précédente et identifier des opportunités d'actions communes.

Toutes les productions de ce thème (fiches méthodes/rapports) font l'objet de relectures au sein d'Aquaref afin de les valider.

Un suivi des résultats est effectué lors des CST.

THÈME E

Garantir la qualité des données bancarisées

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Garantir la qualité des données bancarisées
Action n°	Aquaref Thème E
Programmation AFB	
Contexte de l'action	L'amélioration continue de la qualité des données de la surveillance, incluant l'appui au SIE est la première des missions historiques d'Aquaref. Pour y parvenir, les soutiens techniques proposés, organisés autour de 2 actions principales sont adaptés au rôle joué par chaque acteur (donneurs d'ordre et laboratoires prestataires) dans la production et l'exploitation des données, et viennent compléter ou renforcer les pratiques en cours. Ce thème a des interactions avec l'ensemble des autres thèmes. Les données ainsi obtenues, seront plus fiables et mieux documentées, permettant ainsi leur comparaison spatio-temporelle après leur bancarisation, et facilitant d'autant leur exploitation dans le cadre d'expertises diverses et variées. Cette fiche ambitionne de fournir des éléments validés par Aquaref, utiles à ces acteurs.
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	Maintenir un système pour lequel la qualité de la donnée et de l'information sont fiables et documentées jusque dans les bases de données
Résumé de l'action au titre de la convention 2016-2018	Le thème se compose de la coordination et de deux ensembles d'actions : <u>E0 - Pilotage du thème</u> • Animation de la programmation, du suivi de l'avancement et de la finalisation des livrables • et de la valorisation des travaux du thème. Animation des interactions avec les autres thèmes notamment thème D, C, A et B. <u>E1 - Outils pour assurer la qualité des mesures</u> • E1a1 : Evaluer la comparabilité des solutions étalons commerciales pour les substances critiques et son impact sur la qualité des résultats de mesure • E1a2 : Mettre à disposition des acteurs de la surveillance des outils de traçabilité chimique tels qu'assignation de valeurs de référence lors de CILs et/ou développement de MRC (matériaux de référence certifiés) ou SRC (solutions référence certifiées) pour les couples matrices-substances critiques • E1b : Etablir des synthèses des travaux réalisés pour améliorer la traçabilité des résultats de mesures pour les substances critiques et recommandations • E1c : Identifier des matrices représentatives en soutien à la validation des méthodes biotes • E1d : Comparer les méthodes de caractérisation des performances et d'estimation des incertitudes des domaines environnementaux et agroalimentaires pour les matrices biotes • E1e : Mettre à disposition un inventaire des MRC disponibles • E1f : Mettre à disposition un inventaire des CILs disponibles • E1g : Evaluer la compatibilité des CILs avec les besoins des gestionnaires et de l'utilisation de la donnée • E1h : Animer les échanges avec les organisateurs de CILs français • E1i : Proposer des recommandations pour sélectionner les étalons internes

	(analogues marqués) à utiliser dans les méthodes d'analyses.		
	• E1j : Proposer des recommandations sur la problématique des blancs : de la définition à l'utilisation		
	• E1l : Organisation d'une CIL sur les alkylphénols (+ bisphénol A et S) dans les diverses matrices		
	<u>E2 - Bancarisation des données</u>		
	• E2a : Appui technique SANDRE – chimie		
	• E2a2 : Appui technique pour la bancarisation des données « biote »		
	• E2b1 : Appui technique SANDRE - taxons		
	• E2b2 : Appui technique SANDRE - taxons diatomées DOM		
	• E2b3 : Appui technique SANDRE - hydrobiologie		
	• E2c1 : Contrôler la qualité des données avant bancarisation		
Acteurs	• E2c2 : Etude sur les données bancarisées		
	• E2d : Essais comparatifs de méthodes de bioindication		
	• E2e : Référentiel méthodologique SEEE hydrobiologie. <i>Action en suspens (retrait d'Irstea).</i>		
	• E2f : bancarisation des nouveaux outils (EIP, bioessais ...)		
	Responsable Opérateur :		
	BRGM	J-P. Ghestem	
	INERIS	A. Assoumani, B. Lepot	
	Irstea		
	LNE	S. Vaslin-Reimann (pilote de thème)	
	Autres correspondants Opérateur :		
Actions liées	BRGM	A. Berrehouc, P. Moreau, S. Bristeau	
	INERIS	F. Lestremau, N. Marescaux	
	Irstea	C. Chauvin, F. Delmas, O. Geffard, M Coquery	
	LNE	B. Lalère, S. Lardy-Fontan, J. Cabillic, N. Guigues, P. Fisicaro, E. Alasonnati, S. Raveau, C. Fallot, V. Le Diouron	
	Correspondant AFB :		
	S. Lorient		
	Autres correspondants AFB :		
	L. Coudercy, Y. Reyjol, S. Dembski, O. Perceval		
	Autres correspondants		
	OCIL	BIPEA, AGLAE DREAL	
AQUAREF thèmes A, B, C, D contrat RDI/RSP (lot D)			
Date de rédaction de la fiche	19 décembre 2017	Version	VF

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Périmètre et finalité de l'action

L'amélioration continue de la qualité des données de la surveillance, incluant l'appui au SIE est la première des missions historiques d'Aquaref.

Cette action permanente vise à fournir les soutiens techniques pour y parvenir.

Elle est organisée autour de 2 actions principales adaptées au rôle joué par chaque acteur (donneurs d'ordre et laboratoires prestataires) dans la production et l'exploitation des données qui viennent compléter ou renforcer les pratiques en cours.

Ce thème a des interactions avec l'ensemble des thèmes.

Les données ainsi obtenues, seront plus fiables et mieux documentées, permettant ainsi leur comparaison spatio-temporelle après leur bancarisation, et facilitant d'autant leur exploitation dans le cadre d'expertises diverses et variées.

E0 : Pilotage du thème (LNE)

2016-2018 : action pérenne.

L'action consiste en la programmation, le suivi et la valorisation des actions du thème. En 2016 et 2017, une profonde refonte du site internet Aquaref est prévue. Il est envisagé de réfléchir à la restructuration du site et à la valorisation des résultats du thème sur le site (contribution à la refonte du site Aquaref, présentation, classement, structuration des résultats du thème, contribution au rapport d'activité, ...).

Les retours d'expériences du précédent cycle Aquaref 2013-2015 ont mis en avant le besoin de renforcer les échanges et les interactions entre les acteurs du thème E, mais aussi avec les acteurs des autres thèmes notamment thèmes D, C, A et B, ainsi qu'avec les acteurs extérieurs d'Aquaref. En conséquence, l'action sera particulièrement tournée vers ces aspects afin de permettre une meilleure efficacité de l'action Aquaref : transfert, valorisation des travaux...

E1 : Outils pour assurer la qualité des mesures

E1a1 : Evaluer la comparabilité des solutions étalons commerciales pour les substances critiques et son impact sur la qualité des résultats de mesure (LNE, INERIS)

2016 :

Cette action a pour objectif de disposer et/ou de proposer des étalons analytiques compatibles avec les objectifs de la mise en œuvre des méthodes en vue d'obtenir des données de mesure bancarisées fiables.

Bien que les étalons analytiques soient souvent délivrés accompagnés d'un certificat, cela ne garantit aucunement leurs qualités et leur adéquation aux objectifs des programmes de surveillance : disposer de données de mesures fiables. Suite à la mise en œuvre du schéma de traçabilité au cours du cycle de programmation précédent, des problèmes liés à la qualité des étalons analytiques commercialement disponibles ont été mis en évidence ¹qui impactent les résultats de mesure et in fine l'attribution de l'état des masses d'eau. Ces problèmes incluent entre autres des erreurs de nomenclature, de codification CAS, d'inadéquation avec la codification définie par le SANDRE, d'absence ou d'inexactitude des informations sur la pureté, ou sur la concentration de ces étalons.

Ainsi, il est apparu clé de poursuivre l'étude des solutions étalons commerciales (analyse des certificats et évaluation de l'exactitude des concentrations) pour les substances à enjeu de la surveillance (telles que certains pesticides, les parabènes, les alkylphénols, certains résidus médicamenteux et les composés organométalliques) et d'évaluer leur impact sur la qualité des

¹ BILAN 2013-2015 SCHEMA TRACABILITE : ACTIONS REALISEES POUR DEPLOYER DES OUTILS EN VUE D'AMELIORER LA TRACABILITE DES MESURES PHYSICO-CHIMIQUES DANS LES PROGRAMMES DE SURVEILLANCE. Lardy-Fontan S., Lalere B., Fiscaro P., AQUAREF 2015, 35 pages

mesures (étalonnage des instruments de mesure, quantification en matrice).

En 2016, le choix a été fait de s'intéresser aux composés organo-métalliques du plomb, famille des éthyl-plomb (tetra, tri et di-éthyl plomb).

2018 : Evaluation de la comparabilité des solutions étalons commerciales de nonylphénols éthoxylates (INERIS, LNE)

A la suite des visites laboratoires effectuées dans le cadre des actions du thème D et en lien avec l'action E1I, le besoin d'évaluer la comparabilité des étalons commerciaux de nonylphénols éthoxylates (NP1EO et NP2EO) disponibles est apparu critique. Cette action ferait suite à un premier travail ayant porté les nonylphénols qui appartiennent à la même famille chimique et présentent les mêmes difficultés (Claudine Chatellier, François Lestremat – Considérations sur certains aspects métrologiques liés à la mesure du 4-nonylphénol - Etat de l'art et perspectives – Rapport AQUAREF 2014 – 108p).

Des solutions étalons commerciales de nonylphénols éthoxylates de différents fournisseurs seront caractérisées en appliquant la même approche que celle mise en œuvre pour la mesure du 4-nonylphénol. A l'issue de cette étude, des recommandations pour aider les laboratoires à améliorer la comparabilité et l'exactitude des mesures pour les NPEO seront émises.

E1a2 : Mettre à disposition des acteurs de la surveillance des outils de traçabilité chimique tels qu'assignation de valeurs de référence lors de CILs et/ou développement de MRC (matériaux de référence certifiés) ou SRC (solutions référence certifiées) pour les couples matrices-substances critiques (LNE, IRSTEA)

L'évaluation des performances de la méthode et sa validation sont essentielles pour permettre au laboratoire de produire des données analytiques fiables.

Deux voies principales sont possibles pour évaluer les performances d'une méthode :

- l'utilisation des matériaux de référence (certifiés) à matrice.
- la participation à des essais interlaboratoires (EIL) avec assignation de la valeur de référence.

A la suite de la révision de la Directive 2013/39/CE, de sa transposition en droit français et de sa mise en application dans les programmes de surveillance, la matrice biote est apparue comme un enjeu prioritaire au regard des nombreuses questions méthodologiques et techniques qu'elle amène. Pour chaque substance ou famille de substances, la directive fixe une NQE sur un biote pertinent (poisson entier ou filet, mollusques, crustacés). Cependant, chaque Etat Membre peut dériver une NQE sur un biote alternatif. La stratégie nationale envisagée inclut une surveillance sur le gammare (organismes encagés). Dans le cadre des travaux du thème E du cycle précédent (2013-2015) sur les inventaires MRC et CIL disponibles, il a été mis en évidence l'absence d'outils pour permettre aux laboratoires de valider leurs méthodes sur ces matrices et aux évaluateurs d'exercer une appréciation objective.

En réponse à ce besoin, cette action se propose :

En 2017 : Conduire une étude de faisabilité d'un pilote d'exposition de gammares en laboratoire

2 volets sont identifiés dans cette étude :

- Volet exposition dont l'objectif sera de connaître les cinétiques de bioaccumulation pour les substances visées dans l'étude (c'est-à-dire des molécules pour lesquelles des NQE sont disponibles): métaux (Hg), les HAP (BaP et Fluoranthène) les PBDE (PBDE 28, PBDE 47, PBDE 99, PBDE 100, PBDE 153, PBDE 154) dans des conditions contrôlées. Ceci est le pré-requis pour pouvoir fixer un protocole reproductible et, de manière indirecte, de soutenir les enjeux liés à l'applicabilité de la surveillance gammare (évaluation des temps d'exposition optimaux). Les expérimentations seront réalisées à Irstea. Le LNE sera en charge de la préparation des solutions de dopage et des analyses dans les gammares et si possible aussi dans l'eau.

- Volet homogénéité/stabilité : Les études d'homogénéité et de stabilité sont les pré-requis nécessaires au développement de Matériaux de Référence Certifiés (MRC) et aux matériaux distribués dans les Comparaisons Inter Laboratoires. C'est également un point critique pour orienter les laboratoires dans leurs développements (définition des prises d'essai minimales) mais également au dimensionnement des études d'exposition. Ce travail sera effectué en lien avec l'action D1a2.

En 2018 : Organiser un essai d'aptitude pilote

L'objectif de l'action est de renouveler l'expérimentation (exposition de gammares dans des conditions optimales) et de distribuer le MR à des laboratoires experts (LABERCA, ANSES, laboratoires

AQUAREF) et quelques laboratoires de la surveillance pour évaluer la robustesse du travail réalisé dans les études 2017 et conduire une première évaluation de l'aptitude de laboratoires « experts » à analyser cette nouvelle matrice de surveillance.

E1b : Etablir des synthèses des travaux réalisés pour améliorer la traçabilité des résultats de mesures pour les substances critiques et recommandations (LNE)

2016 :

Ces trois dernières années, les études sur la qualité des solutions étalons commercialement disponibles ont nourri la réflexion de certains essais inter laboratoires organisés par les OCILs. Ces CILs ont notamment porté sur le dosage de trois composés organostanniques (OTC) à des seuils de concentrations « DCE compatibles ». Ces actions ont mis en évidence les difficultés encore rencontrées par certains laboratoires à obtenir des résultats exploitables et fiables. En 2015, les laboratoires participant aux CILs ont été invités à répondre à une série de questions sur leurs procédures internes.

En 2016, l'exploitation de ces métadonnées servira à établir des lignes directrices et des recommandations pour aider les laboratoires à améliorer les performances de leurs méthodes.

2018 :

Une synthèse des premiers enseignements acquis au travers des actions E1a 2016-2017 sera réalisée. **Action 2018 annulée**

E1c : Identifier les matrices représentatives en soutien à la validation des méthodes biotes (LNE)

Au cours du prochain cycle de surveillance, la mise en œuvre de la surveillance sur le biote sera un enjeu crucial. Ceci impliquera entre autres besoins, la mise en place d'outils pour garantir la qualité des données de mesure sur cette matrice. Or, il n'existe à ce jour aucun référentiel pour soutenir la caractérisation des performances des méthodes biote dans le domaine environnemental.

Cette action a pour objectif d'améliorer la lisibilité des performances revendiquées par les laboratoires de routine pour l'analyse du biote.

Elle se structurera en 2 étapes :

2016 : réaliser une veille scientifique sur les approches de caractérisation du biote aquatique dans le domaine agroalimentaire afin d'intégrer leurs bonnes pratiques (méthodologie de validation de méthodes ; notion de matrices représentatives pour valider les méthodes de mesure ...); comparer ces approches au regard des exigences DCE et agrément

2017 : étudier la faisabilité de matrice(s) représentative(s) ou proposer des caractéristiques typiques pour le biote eau continental et milieu marin en lien avec le GT biote.

Cette action sera en forte interaction avec les actions dédiées au biote dans le programme Aquaref notamment au sein des thèmes A1j et D.

E1d : Comparer des méthodes de caractérisation des performances et d'estimation des incertitudes des domaines environnementaux et agroalimentaires pour les matrices biotes (LNE)

2016 : Cette action se propose d'évaluer l'applicabilité de la méthode d'estimation des incertitudes en qualité de l'eau (NF ISO 11352) à la matrice biote et de caractérisation des performances initiales des méthodes de mesure (NF T 90 :210). Cette action vise également à comparer ces approches avec celles couramment mises en œuvre dans le cadre du contrôle agroalimentaire dite « approches SANCO ».

A la suite des travaux qui ont été initiés en 2016, il est apparu qu'il était préférable de fusionner les deux actions E1c et E1d dans leur restitution. Aussi, en 2016, un point d'étape sera proposé (dans le rapport d'activité) et en 2017, une note de synthèse sera réalisée.

E1e : Mettre à disposition un inventaire des MR(C) disponibles (LNE)

2018 : Cette action a pour objectif de mettre à disposition des laboratoires d'analyse et des opérateurs en charge de l'instruction des dossiers d'agrément un utilitaire à jour et validé, des matériaux de référence (certifiés) commercialement disponibles : composés étalons, solutions étalons et MRC à matrices pour les paramètres définis dans la surveillance.

E1f : Mettre à disposition un inventaire des CILs disponibles (LNE, INERIS, BRGM)

Cette action a pour objectif de mettre à disposition des laboratoires d'analyse et des opérateurs en charge de l'instruction des dossiers d'agrément (AFB et auditeurs) un utilitaire à jour et validé des essais d'aptitude (base internationale EPTIS) existants pour les couples paramètres-matrices définis dans la surveillance. Cette action adressera à la fois les besoins de la chimie mais également de l'hydrobiologie.

2016 : Suite à des échanges en 2015 avec les parties prenantes, nous allons proposer une structure de cet utilitaire (forme, champs, langue, etc.), permettant d'initier la bancarisation des informations. Afin de faciliter sa mise en œuvre, un manuel d'utilisation sous la forme d'une note sera préparé.

2017 : un premier REX pourra être tiré à la suite de sa mise en œuvre et permettra d'améliorer cet outil. En parallèle sa mise à jour se poursuivra.

2018 : mise à jour de l'outil.

E1g : Evaluer la compatibilité des CILs avec les besoins des gestionnaires et de l'utilisation de la donnée (BRGM, INERIS, LNE)2016-2017 :

De nombreuses comparaisons interlaboratoires sont organisées par des organismes comme par exemple AGLAE et BIPEA en France. Elles permettent aux laboratoires depuis de nombreuses années de vérifier la fiabilité de leurs résultats de façon régulière par un contrôle externe. Les résultats obtenus par les laboratoires à ces essais sont utilisés comme critères d'agrément par les ministères de l'environnement et de la santé.

Historiquement, l'exploitation faite de ces essais s'est orientée vers les premiers utilisateurs que sont les laboratoires. Or ces essais sont une source d'information également pour les gestionnaires (par exemples les informations en terme de dispersion des résultats des laboratoires). Les politiques de surveillance environnementale ont des objectifs qui reposent en grande partie sur la fiabilité des données d'analyse. Une meilleure connaissance par les gestionnaires des informations issues de ces essais ainsi qu'une réflexion sur l'adéquation entre les résultats de ces essais et les besoins des gestionnaires et de l'utilisation de la donnée nous semble importante. Cette réflexion permettra d'orienter les besoins en termes d'amélioration des méthodes d'analyses dans les laboratoires.

Il est proposé (2016-2017) de mener une réflexion sur la compatibilité des essais d'intercomparaison actuels (et des résultats obtenus par les laboratoires) avec les besoins des gestionnaires et sur les informations pertinentes à diffuser aux gestionnaires à partir de ces essais.

E1h : Animer les échanges avec les organisateurs de CILs français (LNE, BRGM, INERIS, Irstea)2016-2018 : action pluriannuelle

Cette action a pour objectif de garantir que les programmes d'essais interlaboratoires des OCILs nationaux soient compatibles avec les besoins de la surveillance DCE aussi bien pour les paramètres physico-chimiques que pour les paramètres hydrobiologiques.

Les organisateurs d'essais inter laboratoires sont des acteurs clés de la qualité des données de surveillance environnementale. Leur rôle s'est accru encore avec les exigences européennes de la directive QAQC 2009/90/CE et avec la nouvelle version de l'agrément des laboratoires. L'objectif de cette action est d'organiser des contacts réguliers avec les OCILs, pour faire le point sur les essais qu'ils organisent, étudier ensemble les manques par rapport aux exigences européennes et nationales, présenter les résultats des essais organisés par Aquaref... Une réunion annuelle à minima est prévue dans le cadre de cette action.

2018 : organiser, en plus de la réunion annuelle, un « Workshop », au premier trimestre, avec certains

OCILs nationaux (LABERCA, ANSES) et européens (QUASIMEME, ISSeP). Les OCILs français AGLAE, BIPEA et INERIS seraient également conviés. Ce workshop nous permettra de préparer le prochain cycle de programmation AQUAREF en construisant un programme de collaboration élargi sur les nouveaux enjeux et besoins : EIP et biote.

E1i : Proposer des recommandations pour sélectionner les étalons internes (analogues marqués) à utiliser dans les méthodes d'analyses (LNE)

2018 : L'objectif de ce travail consistera à proposer des lignes directrices et des recommandations pour aider les laboratoires dans la sélection de leurs étalons internes (analogues marqués) en focalisant plus particulièrement sur les enjeux de pureté et de stabilité au cours du processus d'analyse.

E1j : Proposer des recommandations sur la problématique des blancs : de la définition à l'utilisation (LNE, INERIS, BRGM)

2017 : Au cours des actions Aquaref précédentes, des problèmes de compréhension et d'harmonisation des blancs analytiques dans le processus de mesure, ont été mis en évidence :

- définition (au sein des différents référentiels normatifs, la notion de blanc n'a pas la même signification),
- mise en œuvre et de contrôle au sein des laboratoires
- utilisation des blancs pour corriger leurs résultats de mesure
- prise en compte dans l'estimation des incertitudes de mesure

L'objectif de ce travail consistera à proposer des lignes directrices et des recommandations pour l'utilisation de ces blancs. L'exemple des TBT est proposé.

E1l : Organisation d'une CIL sur les alkylphénols (+ bisphénol A et S) dans diverses matrices (INERIS, LNE)

L'analyse des alkylphénols et composés apparentés est historiquement reconnu comme extrêmement problématique. Bien qu'un certain nombre d'actions aient été entrepris au cours du cycle AQUAREF précédent (2013-2015) : développement de méthodes, étude de la pureté des étalons commerciaux, journées techniques (3), rédaction d'un mémo ; mais également au niveau réglementaire (DCE 2013/39/CE ; arrêté surveillance 2015, avis agrément 2015), la maîtrise de la qualité des mesures sur ces paramètres est primordiale et est à parfaire afin d'évaluer de façon pertinente et robuste l'état des masses d'eaux. En outre, des échanges avec les OCILs français confortent que, y compris pour eux, ils rencontrent des difficultés lors de l'exploitation des données restituées par les laboratoires participant à ces CIL. Voici le détail des CIL proposées au niveau national par :

- AGLAE : CIL Alkylphénols " eaux propres" réalisée 2 fois /an
Les alkylphénols présentés sont : 4-nonylphénols [n° CAS : 84852-15-3], 4-n-nonylphénol [n° CAS : 104-40-5], 4-tert-octylphénol [n° CAS : 140-66-9], 4-tert-butylphénol [n° CAS : 98-54-4]
- BIPEA : CIL alkylphénols sur eaux superficielles et eau de rejet industrielle
Les alkylphénols présentés sont : nonylphénols (somme des isomères); 4 -nonylphénols (somme des isomères); 4-n-octylphénol; 4-(1,1,3,3,-tetraméthylbutyl)-phénol; 4-tert-octylphenolmonoéthoxylate; 4-tert-octylphenol diéthoxylate; 4-nonylphénolmonoéthoxylate; 4-nonylphénol diéthoxylate (somme des isomères)

Les niveaux de concentrations visés semblent être situés entre 500 µg/L et 2000 µg/L (BIPEA).

INERIS, seul organisme du consortium accrédité en tant qu'organisateur de comparaison interlaboratoires, propose en 2017 de vérifier l'appropriation des travaux et recommandations techniques réalisés depuis 2013 sur les alkylphénols, en organisant une CIL sur les eaux naturelles dont le but sera de connaître les pratiques mises en œuvre au sein des laboratoires prestataires français.

La valeur ajoutée de cette CIL par rapport aux OCILs français (BIPEA et AGLAE) sera de fournir des matériaux d'assurance qualité afin d'évaluer toutes les étapes de la chaîne analytique (à savoir, fourniture d'un blanc afin de vérifier l'absence de contamination dans le processus d'analyse,

fourniture d'une solution étalon afin d'évaluer l'étape finale de la chaîne de mesure (détection), fourniture d'un extrait et de plusieurs matrices eaux superficielles ayant des teneurs en MES variées). Il sera également joint un questionnaire qui reprendra toutes les métadonnées associées en lien avec les travaux d'Aquaref (nature de l'étalon, correction pureté des étalons, etc...) et demandé de fournir à l'INERIS les chromatogrammes des échantillons afin de vérifier que les substances quantifiées sont bien celles demandées du fait des nombreuses erreurs observées sur ce sujet au niveau des campagnes RSDE (STEU, ICPE) par les laboratoires prestataires français qui travaillent également pour la surveillance des milieux aquatiques. Les niveaux de concentration visés seront plus faibles que ceux présentés par AGLAE et BIPEA et seront ceux généralement quantifiés dans les milieux avec possibilité d'être proche des LQ imposées réglementairement.

Cette CIL Alkylphénols sera conduite sur 2017 et 2018.

2017 :

L'année 2017 sera consacrée au montage de la CIL Alkylphénols, aux essais de faisabilité sur les différentes matrices eaux naturelles proposées, à l'élaboration du questionnaire de métadonnées et à l'envoi des matériaux d'essais aux laboratoires participant.

2018 :

L'année 2018 sera consacrée à l'exploitation des résultats et des métadonnées de la CIL Alkylphénols réalisée sur différentes eaux naturelles (teneur en matières en suspension variable), au transfert des résultats et du retour d'expérience auprès des OCILs Français (BIPEA, AGLAE) et à l'élaboration des CILs Alkylphénols sur les autres matrices par AGLAE et BIPEA (en prenant en compte le REX)

Une synthèse des résultats des différentes CILs Alkylphénols (INERIS, BIPEA, AGLAE) pourra être réalisée afin d'émettre des conclusions sur l'efficacité des programmes d'actions antérieures et harmonisations réglementaires et le cas échéant des recommandations.

E2 : Bancarisation des données

E2a : Appui technique SANDRE – chimie (BRGM, INERIS, LNE)

2016-2018 : Action pérenne

Expertise et mise à jour des référentiels paramètres, fractions, support et unités (BRGM, INERIS)
Le travail d'expertise sur les bases paramètres, fractions, support, unité sera poursuivi sur la période 2016-2018 en fonction des demandes de la cellule SANDRE mais aussi le cas échéant en fonction des difficultés identifiées par Aquaref. Ce travail prend en compte les besoins « ponctuels » du SANDRE suite à des demandes de création ou de mise à jour des fiches paramètres par exemple mais aussi des actions plus structurelles concernant les référentiels. Cette action inclut la participation aux réunions du groupe ad hoc méthodologies du SANDRE.

2017-2018 : Expertise sur le référentiel Méthode (LNE)

Il s'agira, dans un premier temps, de valider le passage des méthodes internes référencées au SANDRE en méthodes génériques sur la base d'une codification « simple » à 3 volets (préparation/extraction – séparation – détection), à partir du travail réalisé par le SANDRE en 2016 pour transformer les 32 méthodes internes référencées en cette codification générique.

Enfin, il s'agira de participer à l'amélioration des référentiels existants en répondant aux sollicitations du SANDRE en cas de nouveau référencement de méthode générique. Aquaref se positionne en second filtre après le SANDRE.

Cette action inclut la participation aux réunions du groupe ad hoc méthodologies du SANDRE.

2018 : classes d'usage (BRGM, INERIS)

Des demandes de plus en plus régulières concernent la mise en place à travers le SANDRE de classes d'usage (notamment dans un objectif d'étudier les liens pressions/impacts). Il est proposé (à valider et confirmer avec le SANDRE) de structurer une action permettant dans la durée de créer ces classes d'usage. Les premières actions en 2018, après la réflexion globale, concerneraient la mise à jour des classes, "phytosanitaires", "biocides" "Métabolites de phytosanitaires" en accord avec les besoins exprimés par le GT Eaux Souterraines.

E2a2 : Appui technique pour la bancarisation des données « biote » (INERIS)2017 :

Bancarisation des données "biote". Il s'agira d'établir un état de l'art des codes déjà existants (méthodes, fraction, support, etc.) pour la matrice biote (poisson et gammare) pour les ESU. Il faudra identifier les besoins en termes de métadonnées à demander aux préleveurs et aux laboratoires d'analyses. L'objectif final est de proposer un format d'échange de données biote (Format EDILABO) commun au niveau national. Cette action sera conduite en lien étroit avec les Agences de l'Eau et les experts du SANDRE.

E2b : Appui technique SANDRE - hydrobiologieE2b1 : Appui technique SANDRE – taxons (Irstea)

2016 : Mise à jour des référentiels taxonomiques (diatomées, phytoplancton, macrophytes, cours d'eau et plans d'eau).

Travaux sur la révision, adaptation et mise en cohérence des référentiels taxons dans le contexte de l'intégration des évolutions de l'indicateur « Diatomées IBD cours d'eau métropole », de l'implémentation des indicateurs « Diatomées cours d'eau DOM » et du déploiement de la banque nationale NAIADES.

2017 : action annulée pour 2017

2018 : En 2017, il s'est avéré que les référentiels Taxons, principalement pour les méthodes Macrophytes Plans d'eau et Phytoplancton, devaient encore être mis à jour et leur format affiné pour leur mise en cohérence avec les autres référentiels versés dans la forge « bioindicateurs » et les préconisations de la nouvelle version du SEEE. En 2018, cette action est donc réactivée pour ces éléments biologiques. Dans le contexte de la forge, cette action est transversale entre un appui au SANDRE, au SEEE et à l'évolution des référentiels métiers.

E2b2 : Appui technique SANDRE - taxons diatomées DOM (Irstea)

2016-2017 : Création-actualisation des référentiels taxonomiques diatomées DOM pour le SEEE, codification Sandre (Réunion et Antilles, puis Guyane).

Il s'agit de créer et de mettre à jour les listes d'espèces constitutives des inventaires des DOM et de permettre leur échange via codification SANDRE. Le travail prioritaire concerne les taxons contributeurs aux nouveaux indicateurs nouvellement développés pour les DOM.

Nota bene : Cette action est planifiée à titre prospectif et conservatoire, dans le contexte où, à la date de programmation en 2016, il n'est pas encore clairement défini quel interlocuteur doit porter financièrement ce chantier.

E2b3 : Appui technique SANDRE – hydrobiologie (Irstea)

2016 : action annulée pour 2017-2018

Appui général SANDRE pour les différentes questions hydrobiologiques (méthodes/paramètres, avis techniques en GT, GPS).

Participation à la mise à jour des référentiels méthodes, paramètres pour les thèmes hydrobiologiques et dictionnaire de données « Processus d'acquisition des données biologiques ».

Participation au GPS et aux GT notamment dans le contexte du basculement des données hydrobiologiques bancarisées par Irstea vers le SEEE (réunions, coordination, mise à jour des référentiels).

E2c : Expertise sur les données bancariséesE2c1 : Contrôler la qualité des données avant bancarisation (BRGM, INERIS)

2016-2017 : Bilan des REX des bases ADES, RSDE, ROCCH, AE Clarification du processus de

validation des données Recommandations

Les actions d'Aquaref sont jusqu'à présent principalement orientées vers la fiabilisation de la production de la donnée à travers l'amélioration des opérations d'échantillonnage et d'analyse. Peu de travaux Aquaref concernent pour l'instant des réflexions ou actions sur le processus global de validation finale, bancarisation des données (les actions d'appui à la codification SANDRE entrent cependant pour partie dans ce thème). Il est proposé qu'Aquaref réalise d'abord un état des processus déjà en œuvre pour différentes bases de données nationales et que, en utilisant ce constat, une réflexion soit menée sur les besoins ou pas d'amélioration des processus actuels et sur la place éventuelle que Aquaref pourrait jouer dans ce dispositif. Cette action est prévue sur 2 années.

E2c2 : Etude sur les données bancarisées (BRGM, INERIS)

2016 : Depuis 2/3 ans, le BRGM utilise la base de données nationale ADES afin d'essayer de quantifier le taux de données qui peuvent être considérées comme "correctes". On peut disposer d'informations sur les performances des laboratoires en amont de l'acquisition des données de surveillance (via les EIL) mais ces informations sont rarement acquises en conditions de "routine". Les données de surveillance bancarisées sont acquises dans ces conditions de routine mais il est très difficile d'en évaluer la qualité, la fiabilité.

En 2012, nous avons travaillé sur un jeu de données spécifique de l'AESN, données très intéressantes car acquises avec une seule équipe de préleveurs et des laboratoires différents. Ces données sont très rares. L'exploitation de ces données a montré de façon qualitative que 1/3 des données pouvaient être considérées comme différentes entre les 2 laboratoires.

En 2014, nous avons étudié les données acquises en parallèle parfois à des dates très proches sur les mêmes stations entre le réseau "santé" et le réseau "environnement". Les données sont difficiles à exploiter car il est parfois difficile de savoir si les écarts observés sont liés à des données incorrectes ou à des fluctuations environnementales mais il semble que, en fonction des substances, au moins 40 à 90% des résultats provenant de 2 réseaux de surveillance différents peuvent être considérés comme « cohérents » (de façon très globale la valeur moyenne est de l'ordre de 80%).

En 2016, il est proposé par le BRGM et l'INERIS de poursuivre ces études concernant la qualité des données bancarisées en s'intéressant aux modifications de chroniques faisant suite à un changement de prestataire "laboratoire" de l'AE. L'objectif est de vérifier si des changements de laboratoire impactent plus ou moins fortement les chroniques et également de voir si ces éventuelles variations de résultats peuvent s'expliquer au regard des incertitudes mesure ou bien si elles sont "anormales". Ces études concerneront à la fois les ESO (base ADES) et les ESU (bases agences).

Quelques compléments pourraient également être apportés à l'étude de 2014 pour voir si dans certains cas, il est possible d'éliminer l'hypothèse de variations du milieu et donc d'être plus précis sur l'origine de l'éventuelle anomalie.

E2d : Essais comparatifs méthodes de bioindication (LNE)2016-2017

Les DREAL organisent des essais comparatifs entre leurs laboratoires d'hydrobiologie depuis plus de 10 ans. L'évolution du contexte réglementaire et stratégique les amène à réfléchir à l'adaptation de ces essais annuels pour les mettre en adéquation avec les prescriptions d'EIL - Essais interlaboratoires - tels qu'ils sont définis dans le cadre de l'accréditation.

En 2016, une mission de conseil et expertise de ces essais sera menée par le LNE, afin d'analyser le contenu et les possibilités d'évolution ou d'adaptation nécessaire à la production de résultats conformes à un EIL tel qu'il est réalisé par d'autres organismes mandatés pour la comparaison de performances des laboratoires, en particulier les OCIL accrédités pour les méthodes d'hydrobiologie. Cette action se fera en suivant le déploiement d'un des essais d'intercomparaison directement avec une DREAL organisatrice. Le LNE participera à une réunion du GNQE (par exemple le 19 novembre 2015) afin d'expliquer la démarche et identifier une DREAL organisatrice auprès de laquelle cette mission de conseil et expertise pourrait être réalisée.

Un travail d'analyses des différents référentiels normatifs et réglementaires, ainsi que des documents fournis par les DREAL sur les différentes comparaisons inter laboratoires organisées par les DREAL. Ces premières analyses ont abouti à un certain nombre de constatations qui ont permis d'amener des propositions / recommandations qui ont été discutées sous l'égide du GNQE.

En 2017, le travail sera poursuivi notamment concernant l'estimation des performances des essais d'aptitude (quels estimateurs de la performance mettre en place ?) ainsi que l'harmonisation de l'organisation de ces CILs en vue de permettre une harmonisation au niveau des cahiers des charges des CIL et leur reconnaissance ultérieure par le COFRAC.

A la suite des travaux initiés en 2016-2017 et présentés, d'une part au sein du GNQE et d'autre part, avec le MEEM et l'AFB, le besoin de poursuivre les travaux a été souligné par l'ensemble des parties prenantes. A l'issue du GNQE d'avril 2017, le LNE a été sollicité par certaines DREAL pour les aider dès 2017. Ainsi en 2018, le LNE poursuivra son action sous une autre forme en accompagnant les DREAL dans la mise en œuvre des recommandations pour les diatomées et les macroinvertébrés et très ponctuellement les macrophytes. Le contenu et la forme que pourront prendre cette mission d'accompagnement ne sont pas encore statués et pourraient être différentes selon les éléments de qualité biologique (accompagnement DREAL, GT national thématique ou sous-thématique). En effet, plusieurs propositions ont été faites aux membres du GNQE en avril 2017 et leurs retours seront connus à l'occasion du prochain GNQE de novembre 2017.

E2e : Référentiel méthodologique SEEE hydrobiologie (Irstea)

Les protocoles de calcul fixés pour évaluer l'état des masses d'eau, sur la base de protocoles d'acquisition de données, de calculs d'indicateurs, d'utilisations de valeurs de référence et de seuils de classes sur les échelles d'écart à la référence, sont implémentés dans le SEEE. Ces scripts sont spécifiques à cet outil dans leur forme, et font appel à un certain nombre de tables ou d'attributs dans des référentiels également implémentés dans le SEEE (typologie des cours d'eau et raccordement aux biotypes, par exemple).

Afin de mettre à la disposition des utilisateurs une version plus lisible de ces protocoles et explicitant les méthodes d'évaluation définies pour chaque élément biologique et chaque type de masse d'eau, il est nécessaire de transcrire ces spécifications informatiques du SEEE dans un document référentiel diffusable.

En 2016, il s'agira de travailler sur la forme et le type de contenu de ce document puis de réaliser une première fiche sur l'indice « macrophytes en cours d'eau » (IBMR) qui pourra servir de modèle à la rédaction des fiches concernant les autres indicateurs. Ce premier document sera présenté au groupe « Gouvernance des indicateurs » pour avis et validation dans le courant de l'année 2016.

Action suspendue pour 2016 (retrait d'Irstea).

E2f : Bancarisation des données et métadonnées issues des nouveaux outils (EIP, bioessais, ...) mis en application dans le cadre du Réseau de Surveillance Prospective (LNE, BRGM, INERIS, Irstea)

Action 2018 intégrée dans le contrat RDI

Le SIE s'appuie sur un corpus de documents appelés référentiels méthodologiques, dont l'application à l'échelle nationale a pour objectif de produire des informations objectives, comparables et conformes aux exigences réglementaires. Le Schéma National des Données sur l'Eau (SNDE) positionne les 5 établissements partenaires d'Aquaref en appui à l'élaboration des méthodologies communes côtés métiers. Aquaref apporte son soutien pour la codification SANDRE dans le cadre du groupe d'appui méthodologique au GPS.

La mise en place au niveau national du Réseau de Surveillance Prospective RSP nécessite de disposer d'une bancarisation adaptée aux différents types de données acquises au travers de ses activités. Considérant qu'il met en œuvre des approches et outils innovants, il est donc primordial d'adapter les formats d'échanges du SANDRE à ces nouvelles données.

En 2017, AQUAREF propose de mener une réflexion en collaboration avec le SANDRE, l'AFB et les AE pour répondre aux questions suivantes et faire des propositions de mise en œuvre opérationnelle dès 2018 notamment dans le cadre des activités du RSP :

- Activité 4 du RSP : quelles données et métadonnées bancariser pour la surveillance EIP ? Comment les codifier pour la bancarisation SANDRE ? Cette action est prévue dans la fiche RSP-EIP/action B4 2017-2018.

- Activité 5 du RSP : quelles données et métadonnées bancariser pour les bioessais ? comment les codifier ?

En plus de ces 2 principaux objectifs, il est proposé de démarrer les réflexions sur la bancarisation des informations issues des approches de non target screening (données spectrales). En parallèle de

l'activité 5 du RSP, l'acquisition de ce type de données sera en effet initiée dès 2017. Cette action sera en lien avec l'action F1c du programme AQUAREF 2017-2018.

Ces actions sont en lien avec les actions E2a du programme AQUAREF 2017-2018.

La gestion des données issues du RSP n'est pas du ressort d'AQUAREF. La DEB a demandé par ailleurs à l'INERIS de se positionner pour pérenniser et élargir la base SUPREMA. AQUAREF devra :

- étudier et conseiller sur la pertinence de bancariser des données, des espèces, des spectres ou des échantillons (lien avec action "échantillothèque") ;
- aider les gestionnaires dans la détermination des méta-données nécessaires à l'exploitation et si la bancarisation est pertinente,
- déterminer quelles sont les modalités de stockage les plus adaptées et représentatives,
- assurer la conformité avec le SANDRE des données bancarisées

Résultats prévus :

- Rapport d'activité sur 2017
- Note pour 2018

Communication

Pour les travaux issus du thème E1, ils feront l'objet de rapports, notes de synthèse qui seront diffusées via le site Aquaref et destinées à l'ensemble des acteurs de la surveillance. Ils feront également si cela est possible l'objet de publications scientifiques et/ou professionnelles.

En fonction des décisions retenus lors de la refonte du site d'Aquaref les livrables, résumés ou extraits, « flash info » pourront être adaptés au formalisme du nouveau site.

Il serait également souhaitable de pouvoir échanger avec des utilisateurs potentiels et de recueillir leurs besoins afin d'adapter la forme du livrable, si possible.

Valorisation et transfert

La valorisation et le transfert des recommandations et lignes directrices acquises vers les autres thèmes du programme Aquaref est importante :

- Thème D : révisions annuelles des guides de prescriptions techniques, supports des Journées techniques
- Thème H : révision des supports normatifs, proposition de nouvelles normes
- Thème A : réunions annuelles avec les agences de l'eau, révision de l'agrément, note de positionnement thématique, par exemple TBT en 2017.

Le retour d'expérience du précédent exercice a mis en évidence que les connaissances acquises et travaux conduits notamment au titre de l'action E1 étaient trop peu visibles et disponibles pour les opérateurs.

Afin d'en améliorer le transfert et l'acceptation, une attention particulière a été portée lors de la construction du programme 2016-2018 :

- Ecriture de notes, synthèses plus facilement appréhendables pour les laboratoires notamment
- Création d'utilitaires (fichier excel) des MRC disponibles accessibles pour les opérateurs en charge de l'évaluation et les laboratoires via le site Aquaref.
- Création d'utilitaires (fichier excel) des CILs disponibles accessibles pour les opérateurs en charge de l'évaluation et les laboratoires via le site Aquaref.

2. Travaux antérieurs

Durant les dernières années, les principaux apports et contributions ont été les suivants :

- Amélioration de la comparabilité et de la qualité des données :
 - Assignations de valeurs de référence à des essais d'aptitudes organisés par les principaux OCILs français : INERIS, BIPEA et AGLAE ;
 - Développement et application des outils du contrôle de la qualité des instruments de

mesure *in situ*, les paramètres physico-chimiques conductivité/salinité et oxygène dissous prioritairement.

- Réunions annuelles avec les OCILS permettant de mieux appréhender leurs contraintes, leurs besoins et le transfert d'essais développés par Aquaref
- Contribution aux besoins des opérateurs via la normalisation :
 - PR FD T90-230 Norme Qualité de l'eau - Caractérisation des méthodes d'analyses - Guide pour la sélection d'une matrice représentative d'un domaine d'application.
- Contribution, au travers des actions de traçabilité, à l'amélioration de la maîtrise des opérateurs en charge des analyses via les JT organisées dans le cadre du thème D notamment TBT et alkylphénols
- Amélioration de la bancarisation des données
 - Appui technique au SANDRE pour la mise à jour des référentiels.

Jalons, étapes et calendrier

Voir résultats prévus ci-dessous.

3. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Action	Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1,T2, T3,T4) et année	
2016					
E1a -	Recommandations pour aider les laboratoires à améliorer la comparabilité et l'exactitude des mesures pour des substances réglementées critiques	Rapport	LNE	expert	T4 2016
E1b -	Lignes directrices et recommandations pour aider les laboratoires à améliorer la traçabilité de leurs méthodes d'analyse TBT	Rapport	LNE	expert	T4 2016
E1c - E1d1 -	Veille scientifique sur les approches de caractérisation du biote aquatique et la détermination des incertitudes de mesures pour les matrices biotes dans le domaine agroalimentaire	Rapport d'activité	LNE	expert	T4 2016
E1f -	Utilitaire (fichier excel) des CIL disponibles à destination des laboratoires, des opérateurs en charge de l'instruction des dossiers d'agrément	Utilitaire	LNE	averti	T4 2016
E1h -	Compte rendu annuel des échanges avec les OCILs	Compte-rendu	LNE	averti	T4 2016
E2a -	Appuis divers sur les référentiels SANDRE Chimie	Rapport d'activité	BRGM	expert	T4 2016
E2b -	Compte-rendu d'activités des actions Sandre hydrobiologie	Rapport d'activité	Irstea	expert	T4 2016
E2c2 -	Note sur l'exploitation des bases de données	Note	BRGM	expert	T4 2016

Action		Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1,T2, T3,T4) et année
E2d -	Mission de conseil et expertise auprès des DREAL sur les essais d'intercomparaison pour les méthodes hydrobiologiques – état d'avancement	Rapport d'activité	LNE	expert	T4 2016
E2e -	Modèle de fiche référentiel SEEE (IBMR)	Modèle	Irstea	expert	T4 2016
2017					
E1a2 -	Etude de faisabilité d'un pilote d'exposition de gammarès en laboratoire	Rapport d'activité	LNE	expert	T4 2017
E1c - E1d -	Lignes directrices et recommandations pour la caractérisation des méthodes biote aquatique, incluant la réalisation de matrice(s) représentative(s), et la détermination des incertitudes de mesures	Rapport	LNE	expert	T4 2017
E1f -	Utilitaire (fichier excel) des CIL disponibles à destination des laboratoires, des opérateurs en charge de l'instruction des dossiers d'agrément	Inventaire	LNE	averti	T4 2017
E1g -	Essais d'intercomparaison et besoin des gestionnaires de la surveillance (Rapport)	Rapport	BRGM	averti	T4-2017
E1h -	Compte-rendu annuel des échanges avec les OCILs	Compte-rendu	LNE	averti	T4 2017
E1j -	Lignes directrices et des recommandations sur la problématique des blancs : de la définition à l'utilisation	Rapport	LNE	expert	T4 2017
E1l	Questionnaire des métadonnées associées à la CIL Alkylphénols afin de connaître les pratiques mises en œuvre au sein des laboratoires prestataires français	Trame Questionnaire	INERIS	expert	T4 2017
E2a -	Appuis divers sur les référentiels SANDRE Chimie	Rapport d'activité	BRGM	expert	T4 2017
E2a2	Appui technique pour la bancarisation des données « biote »	CR réunion et fichier (note) avec les champs retenus	INERIS	expert	T4 2017
E2b -	Compte-rendu d'activités des actions Sandre hydrobiologie	Rapport d'activité	Irstea	expert	T4 2017
E2c1 -	Recommandation et rôle d'AQUAREF dans le processus de validation de données avant bancarisation (rapport)	Rapport	BRGM	expert	T4 2017
E2d	Synthèse de la mission de conseil et expertise auprès des DREAL sur les essais d'intercomparaison pour les méthodes hydrobiologiques	Note	LNE	expert	T4 2017

Action		Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1,T2, T3,T4) et année
E2f	Etat d'avancement des réflexions sur la bancarisation des EIP et des bioessais	Rapport d'activité	LNE	expert	T4 2017
2018					
E1a1	Evaluation de la comparabilité des solutions étalons commerciales de nonylphénols ethoxylates	Rapport	INERIS	expert	T4 2018
E1a2 -	Rapport sur la faisabilité d'un pilote d'exposition de gammars en laboratoire, incluant les résultats d'un premier essai d'aptitude pilote	Rapport	LNE	expert	T4 2018
E1b -	Lignes directrices et recommandations pour aider les laboratoires à améliorer la traçabilité de leurs méthodes d'analyse Résultat annulé	Rapport	LNE	expert	T4 2018
E1e -	Utilitaire (fichier excel) des MR(C) disponibles à destination des laboratoires, des opérateurs en charge de l'instruction des dossiers d'agrément	Inventaire	LNE	averti	T4 2018
E1f -	Utilitaire (fichier excel) des CIL disponibles à destination des laboratoires, des opérateurs en charge de l'instruction des dossiers d'agrément	Inventaire	LNE	averti	T4 2018
E1h -	- Compte-rendu annuel des échanges avec les OCILs français - Compte rendu du Workshop 2018	Compte-rendu	LNE	averti	T4 2018
E1i -	Lignes directrices et recommandations pour aider les laboratoires à sélectionner leurs étalons	Rapport	LNE	expert	T4 2018
E1l -	Rapport CIL Alkylphénols et recommandations à destination des laboratoires et des OCILs.	Rapport et Note de synthèse	INERIS	expert	T3 2018
E2a -	Appuis divers sur les référentiels SANDRE Chimie	Rapport d'activité	BRGM	expert	T4 2018
E2b -	Compte-rendu d'activités des actions Sandre hydrobiologie	Rapport d'activité	Irstea	expert	T4 2018
E2d -	Bilan des soutiens techniques aux DREAL lors de la conception et l'organisation des essais interlaboratoires	Rapport d'activité	LNE	expert	T4 2018
E2f	Bilan et propositions pour la codification des EIP, bioessais et spectres (Livrables du contrat RDI)	Note	LNE	expert	T4 2018

* novice, averti, expert

4. Perspectives de l'action

L'amélioration de la qualité des données de mesure et la garantie de leur comparabilité doivent être continues. En effet, les textes réglementaires au niveau Européen via la DCE et au niveau national évoluent continuellement afin d'inclure les nouvelles substances pertinentes identifiées, de même que les principes et méthodes de mesure permettant leur surveillance.

Afin de soutenir la mise en œuvre d'une surveillance effective et efficace des milieux, il apparaît indispensable de maintenir les activités liées au thème E.

5. Gouvernance

Le pilotage du thème E est assuré par le LNE. A ce titre,

- il anime la programmation en organisant à minima une réunion annuelle entre les différents acteurs du thème,
- il assure le suivi de l'avancement et de la finalisation des livrables et en informe le CST. La mise en œuvre du programme de travail est assurée par chacun des porteurs d'actions.
- il coordonne la valorisation des travaux du thème vers les autres thèmes Aquaref mais également vers l'extérieur.

THÈME F

Nouveaux outils et connaissance pour optimiser les stratégies de surveillance

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Nouveaux outils et connaissances pour optimiser les stratégies de surveillance
Action n° Programmation AFB	Aquaref Thème F
Contexte de l'action	L'amélioration des méthodes de mesure des substances émergentes est un élément crucial pour l'évaluation du risque associé à la contamination chimique. Cependant, la multiplicité des substances présentes dans notre environnement et le fait que ces substances, même si elles sont présentes individuellement à des niveaux de concentration inférieurs aux seuils de toxicité, peuvent générer des effets du fait de leur cooccurrence dans l'environnement (effets cocktails), nous oblige à faire évoluer les approches de surveillance conventionnelles, basées sur une recherche ciblée de substances individuelles. Il s'agit de compléter ces approches « top-down » avec l'application d'outils et de stratégies innovantes (du type « bottom-up ») qui permettront dans le futur d'identifier et d'anticiper les risques émergents associés aux contaminants chimiques de manière plus pertinente et plus « cost-effective ». La Directive Cadre Eau va être revue en 2019 et un travail préparatoire est nécessaire au niveau des Etats Membres pour apporter à l'Europe des recommandations opérationnelles pour une évolution des actuelles stratégies de surveillance, supportée par des actions de démonstration sur le terrain.
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	• Assurer la veille scientifique / évaluation de l'état de l'art des connaissances sur les substances émergentes (y compris, leur métabolites et produits de dégradation pertinents pour la surveillance) et sur les nouvelles méthodes de surveillance disponibles, en collaboration avec le monde de la recherche (réseau national et réseau européen NORMAN). • Valider via des exercices de démonstration sur le terrain de nouvelles stratégies / protocoles de surveillance basés sur l'application intégrée d'outils innovants (échantillonneurs, outils biologiques, capteurs, etc., validés dans le cadre de l'Action G) • Préparer des recommandations communes au niveau européen (en collaboration avec le réseau européen NORMAN) pour l'application réglementaire d'outils innovants en vue de la révision de la DCE en 2019. En ligne avec les objectifs énoncés ci-dessous, l'action F s'articule dans les sous-actions suivantes : • Une <u>action de veille</u>, en collaboration avec le réseau NORMAN, adressée <u>aux substances</u> déjà identifiées comme substances émergentes d'intérêt ainsi qu'aux <u>nouvelles techniques de surveillance</u> qui devraient permettre de regarder au-delà des substances déjà ciblées aujourd'hui dans les programmes de surveillance, avec une attention particulière aux métabolites et produits de dégradation présents dans l'environnement qui peuvent contribuer aux effets observées et qui ne sont pas recherchés de manière suffisante aujourd'hui. • Une <u>étude à large échelle sur des sites pilotes</u> pour démontrer l'intérêt de proposer des nouvelles stratégies de surveillance en vue de la future révision de la DCE. L'étude veut démontrer comment l'application intégrée d'outils innovants permettrait de mieux répondre aux différents objectifs de la DCE par rapport à la surveillance réglementaire actuelle (i.e. échantillonneurs intégratifs passifs pour une mesure plus représentative de la contamination chimique, outils biologiques couplés à l'analyse chimique ciblée et non ciblée pour mieux identifier et prioriser via des approches « effect-based » (du type « bottom-up ») les substances non réglementaires, présentes dans l'environnement, et responsables d'effets observées).

Acteurs	Responsable Opérateur :		
	BRGM	A. Togola	
	IFREMER	C. Tixier	
	INERIS	V. Dulio (pilote de thème)	
	Irstea	C. Miège	
	LNE	S. Lardy-Fontan	
	Autres correspondants Opérateur :		
	BRGM	C. Soulier, J-P. Ghestem, L. Amalric, N. Baran	
	IFREMER	I. Amouroux	
	INERIS	F. Lestremau, S. Aït-Aïssa, F. Botta, B. Lepot	
	Irstea	M. Coquery, A. Dabrin, C. Margoum, N. Mazzella	
	LNE	J. Cabillic, N. Guigues	
	Correspondant AFB :		P-F. Staub
	Autre(s) correspondant(s) :		AFB O. Perceval
Actions liées	Les actions sous le Thème F sont étroitement liées aux actions du Thème G qui s'adresse de son coté à la validation des outils innovants pour l'amélioration de la surveillance des milieux aquatiques. Lien avec le contrat RDI/RSP (lots A et G)		
Date de rédaction de la fiche	19 décembre 2017		Version VF

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Périmètre et finalité de l'action

Cette action s'adresse aux acteurs nationaux responsables de la négociation au niveau européen des dispositifs et des stratégies pour la future surveillance en vue de la révision de la Directive Cadre Eau en 2019. Elle concerne également les décideurs en charge de la mise en œuvre de la surveillance au niveau national.

Le travail sur les substances pour lesquelles des risques potentiels pour l'environnement et pour la santé humaine (via l'environnement) ont déjà été mis en évidence, et qui nécessitent d'une amélioration de connaissance (niveaux d'occurrence dans les milieux aquatiques, effets, impact associé à la présence de métabolites et produits de dégradation, etc.) en soutien à la mise en œuvre de mesures réglementaires, est un élément fondamental pour l'amélioration de la surveillance.

Au même temps, les scientifiques alertent les décideurs sur la nécessité de mieux prendre en compte la multiplicité des familles de contaminants présentes dans notre environnement. Il y a aujourd'hui une prise de conscience du fait que les contaminants chimiques, même s'ils sont présents individuellement à des niveaux de concentration inférieurs aux seuils de toxicité, peuvent générer des effets du fait de leur co-occurrence dans l'environnement (effets cocktails ou effets mélange). Le besoin de développer et d'étudier l'applicabilité opérationnelle d'outils et de stratégies innovantes est donc cruciale pour permettre dans le futur d'identifier et d'anticiper les risques émergents associés aux contaminants chimiques de manière plus pertinente et plus efficace (cost-effective).

La Directive Cadre Eau va être revue en 2019 et un travail préparatoire est nécessaire au niveau des Etats Membres pour apporter à l'Europe des recommandations opérationnelles pour une évolution des actuelles stratégies de surveillance supportée par des actions de démonstration sur le terrain. Ces techniques devraient permettre d'identifier de manière plus exhaustive les polluants (molécules connues et inconnues - i.e. nouveaux contaminants émergents actuellement non recherchés) responsables des effets observés et d'améliorer ainsi la surveillance conventionnelle (évaluation de l'impact des contaminants chimiques sur l'état écologique des masses d'eau).

Les actions sous le Thème F sont étroitement liées aux actions du Thème G qui s'adresse de son côté à la validation des outils innovants pour l'amélioration de la surveillance des milieux aquatiques.

A noter également que les actions du Thème F impliquent la participation active des membres d'Aquaref dans les travaux du réseau européen NORMAN¹ et de l'INERIS en particulier en tant que coordinateur du réseau.

F0 - Pilotage du thème (INERIS)

Animation de la programmation, du suivi de l'avancement, de la finalisation et de la valorisation des travaux du thème : incluant pour 2016 la contribution à la refonte du site AQUAREF, présentation, classement, structuration des productions du thème.

¹ NORMAN (www.norman-network.net) est actif depuis 2005 comme plateforme d'échange de connaissances sur les substances émergentes et interface entre le monde de la recherche et les politiques environnementales pour l'identification des contaminants émergents d'intérêt prioritaire.

F1 - Etat de l'art et veille scientifique

F1a- Veille substances émergentes : produits de dégradation, niveaux d'occurrence dans les milieux aquatiques et besoins analytiques – pesticides (BRGM, Irstea)

2016-2018 : Suite de l'action "F1a – 2015 Veille substances émergentes : besoins analytiques pour les substances prioritaires sans méthodes à performances compatibles avec focus sur les métabolites de pesticides".

Compte tenu du recensement des molécules à considérer (dossiers déjà évalués à ce jour au niveau européen et français) et de l'avancement continu des dossiers de révision des AMM et des nouvelles substances, cette action pour l'évaluation des besoins analytiques pour métabolites de pesticides identifiés comme substances d'intérêt prioritaire à l'issue des campagnes de mesure exploratoires (2011 et 2012), se poursuivra sur les années 2016-2018. Le résultat, sous forme de complément au résultat 2015, fera l'état des substances identifiées comme d'intérêt, ainsi que des capacités analytiques des laboratoires. Il permettra ainsi d'alimenter le thème D sur les substances à développer ainsi que les actions de priorisation (F1C)

Rapport final en 2018 : Actualisation des listes des métabolites de pesticides présentant un risque de transfert vers les eaux souterraines et état des lieux des capacités analytiques des laboratoires.

F1b - Stratégie d'interprétation et exploitation des données de non-target screening en lien avec le réseau NORMAN pour préparer l'application de ces techniques dans la future surveillance (BRGM, Irstea, INERIS, LNE)

2016 – 2018

Cette action comprend :

- 1) Participation active des experts d'Aquaref aux travaux de NORMAN www.norman-network.net sur l'application des techniques de non-target screening, en particulier pour ce qui concerne :
 - contribution à la banque de spectres NORMAN MassBank <http://massbank.eu/MassBank/>,
 - contribution à l'échange au sein de la plateforme NORMAN de listes de composés pour faciliter l'identification des "unknowns" par approche "suspect screening" (cf. Base de données SusDat <http://www.norman-network.com/?q=node/236> ;
 - mise en œuvre au niveau internationale de l'échantillonnage de spectres de masse (prototype déjà disponible DSFP – Digital Sample Freezing Platform) pour analyse rétrospective sur échantillons environnementaux ;

Pour l'ensemble de ces activités Cf. NORMAN Joint Programme of Activities <http://www.norman-network.net/?q=node/135> sur le site du réseau ;

- 2) Diffusion au niveau national et réflexion sur la stratégie au niveau national dans ce domaine.

F1c - Appui d'AQUAREF aux travaux du CEP et de NORMAN (GT Priorisation) pour la définition des critères de priorisation des substances (INERIS, BRGM, Irstea)

2016 – 2018

Cette action s'adresse aux contributions scientifiques d'Aquaref pour la définition des critères pour la priorisation des substances pour ce qui concerne des actions d'amélioration des performances analytiques et pour l'intégration des approches de non-target screening dans le référentiel méthodologique (de NORMAN et de son groupe miroir CEP). Les contributions des experts d'Aquaref pourront également concerner la construction de listes / priorisation de substances à surveiller dans le cadre des futurs exercices de surveillance prospective, qui seront organisés en lien avec les actions du nouveau plan national micropolluants (en cours de finalisation).

Les CR des réunions du CEP avec les contributions des experts Aquaref font déjà partie de la Fiche K INERIS – AFB. Il n'est pas prévu de CR spécifiques sur la contribution d'Aquaref à ces travaux.

F1d1 : Appui technique à la préparation, réalisation, exploitation des campagnes exceptionnelles de surveillance des eaux (BRGM, LNE, INERIS, Irstea, IFREMER) [Action intégrée au thème F à partir de 2017] *Action entrant dans le cadre du Réseau de Surveillance Prospective*

2017-2018

- 2017 : Appui technique à la préparation et à la réalisation de la surveillance de la liste de vigilance DCE (BRGM, INERIS, LNE, IRSTEA, Ifremer)

L'appui technique d'Aquaref à l'organisation et à la gestion des campagnes 2016-2017 de mesures pour la liste de vigilance comprendra :

- La centralisation et l'animation des échanges techniques, notamment ceux relatifs à la « validation » des résultats obtenus par les laboratoires de la campagne. Les laboratoires de la campagne étant en grande partie les contributeurs également à l'action Aquaref, cette étape recouvrira une expertise collective et croisée sur les résultats obtenus par chaque laboratoire avec la contribution du BRGM, de l'INERIS, du LNE, d'Irstea et IFREMER (Irstea et IFREMER ne participent pas en tant que laboratoire d'analyse sur cette campagne). Cette action d'animation des échanges techniques sera assurée par le BRGM, pilote de l'action pour Aquaref.
 - Pilotage de la logistique « prélèvements » (lien et échanges avec les préleveurs) (INERIS avec la collaboration du LNE et du BRGM)
 - Format de restitutions des données prélèvement et analyse : les résultats seront fournis à l'AFB dans le format qui sera défini au niveau national. L'INERIS, via la coordination du réseau NORMAN responsable des formats d'échange EU-compatibles type « EMPODAT », fera une proposition de format de restitution à valider par les autres partenaires impliqués dans la réalisation des analyses (BRGM et LNE). Des réunions seront organisées avec les partenaires Aquaref afin de définir les champs (métadonnées notamment) et le format de restitution ainsi que le moyen de transmission à l'INERIS (intranet ou saisie en ligne). Une notice utilisateur des outils mis en place sera rédigée. Un format de restitution unique sera défini et transmis aux différents interlocuteurs.
 - une expertise sédiment/biote (le cas échéant, à partir de 2018) (Irstea)
- 2018 : Appui à la réflexion sur l'organisation des prochaines campagnes « liste de vigilance » DCE (BRGM, INERIS, LNE, IRSTEA)
 - 2018 : Synthèse sur les résultats des campagnes nationales « liste de vigilance 2016-2017 » (BRGM, INERIS, LNE).
Action 2018 « synthèse sur les résultats » intégrée dans le contrat RDI
L'action est une synthèse sur les 4 campagnes de mesures (2016-2017), intégrant la rédaction d'une publication scientifique sur ces travaux.

F1d 2 Appui à la préparation et au suivi technique / scientifique (analyse et prélèvement) de la « Campagne émergents nationaux » EMNAT 2018 (INERIS, BRGM, Irstea, LNE):

2017 :

- Appui à la définition du contenu du cahier des charges de l'étude EMNAT 2018
L'INERIS (pilote AQUAREF de cette action) organisera une réunion au cours de laquelle seront discutés le contenu du CDC analyse (critères de validation, performances analytiques, fraction à analyser [filtré ou brute], contrôles qualité, modalités de visites des laboratoires...) et les recommandations techniques « échantillonnage ».
Les experts AQUAREF donneront également un avis sur les contrôles qualité terrain indispensables que l'INERIS proposera dans son projet EMNAT 2018.
- Validation du cahier des charges « analyse » de l'étude EMNAT 2018
Le cahier des charges « analyse » rédigé par le chef de projet de l'étude EMNAT 2018 sera validé par les experts AQUAREF.

2018-2019 :

Action 2018-2019 intégrée dans le contrat RDI

- Participation au comité de suivi technique de l'étude EMNAT 2018 et examen critique des données

Un comité de suivi technique de l'étude EMNAT 2018, composé d'experts AQUAREF, des laboratoires universitaires en charge des analyses, et éventuellement d'autres experts analytiques membres du CEP, sera constitué courant 2017 par le chef de projet EMNAT 2018. NB : La composition de ce comité de suivi technique devra être validée courant 2017 par le COPIL RSP après proposition du chef de projet EM NAT 2018.

Dans le cadre de ce comité de suivi technique, AQUAREF effectuera un examen critique des résultats des 3 campagnes de mesures et en particulier des points sensibles soulevés par l'expertise du chef de projet, qui interviendra pour une qualification des données au fil de l'eau.

L'ensemble des données produites lors de cette étude sera soumis à une validation métrologique par AQUAREF (conformité des réalisations au regard du cahier des charges).

F1d3 : Appui à la réflexion sur la mise en œuvre des échantillonneurs intégratifs passifs dans le Réseau de Surveillance Prospective-activité 2 (BRGM, IRSTEA)

2017 :

Note "stratégique" à destination du COPIL RSP sur les scénarios d'utilisation des EIP dans le cadre d'études prospectives et (en annexe) conclusions sur la faisabilité de mise en œuvre d'EIP comme support pour l'analyse des molécules prioritaires par le CEP dans le cadre de l'étude EMNAT 2018.

F1f - Apport des outils isotopiques dans la compréhension des cycles des nutriments (N, P) des sources et des transferts des métaux (Pb, Zn, Cu, Ni) dans l'environnement (BRGM, IRSTEA)

2018

La composition isotopique d'un élément chimique peut être comparée à une empreinte digitale, permettant, au-delà de la mesure de leur concentration, d'en caractériser la source (origine) et/ou tracer son comportement dans l'environnement (changement redox, adsorption-désorption, dénitrification ...). Les compositions isotopiques des nitrates ($\delta^{15}\text{N-NO}_3$ & $\delta^{18}\text{O-NO}_3$) sont utilisées pour tracer les sources de nitrates dans l'environnement ainsi que les processus liés à leur cycle de transformation. La pertinence de ces outils est accrue en les couplant aux isotopes du bore ($\delta^{11}\text{B}$), co-migrant des nitrates dans l'environnement que l'on retrouve dans les engrais et les effluents de stations d'épuration. Les développements récents ont montré que les isotopes de l'oxygène des phosphates ($\delta^{18}\text{O-PO}_4$) peuvent aussi être utilisés dans l'étude de ses sources et processus de transformation dans le cycle du phosphore. Les sources de métaux sont nombreuses dans l'environnement (diffuses ou ponctuelles) rendant difficile leur identification. Il est nécessaire non seulement de pouvoir tracer l'origine des métaux, mais aussi de comprendre les mécanismes qui gouvernent leur présence dans la phase dissoute (biodisponibilité) et la phase particulaire. Les approches couplées des concentrations métalliques et de leurs rapports isotopiques ont démontré leur pertinence dans l'étude du traçage des sources (origine) et des processus de transport au sein des bassins versants. Si les isotopes du Pb ont été utilisés de longue date, les évolutions techniques récentes de la spectrométrie de masse ont permis l'accès à la mesure isotopique du Cu et du Zn.

Une note de synthèse sera réalisée sur le potentiel de ces outils isotopiques basée sur une revue bibliographique, y compris pour des éléments comme le nickel qui est encore en phase de développement concernant son applicabilité. La synthèse bibliographique sera illustrée d'exemples d'application concrets dans le domaine des eaux de surface et des eaux souterraines.

F2 - Etude de démonstration à large échelle : application de nouveaux outils pour appuyer les préconisations d'AQUAREF pour la nouvelle surveillance

F2a - Volet échantillonneurs passifs – (Irstea, BRGM, INERIS, LNE, IFREMER)

Exercice de démonstration des performances des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) classiques (POCIS, DGT, membrane polymérique) et échantillonneurs passifs en développement (passive SBSE, DGT organiques) par rapport aux objectifs de la DCE

- 2016 Préparation de l'étude sur la base du cahier des charges défini en 2015 avec

sélection des sites, organisation de la logistique pour répondre à chacun des verrous identifiés préalablement dans le cadre des actions du thème G (cf. conclusions du Workshop sur les échantillonneurs passifs (Lyon, 27-28 Novembre 2014) organisé par Irstea sous l'égide d'Aquaref et du réseau européen NORMAN ; Rapport Aquaref 2014 « Position du groupe Aquaref sur la question de l'utilisation des échantillonneurs intégratifs passifs pour le prochain cycle de surveillance 2016-2021). Sur la base des éléments définis dans le cahier des charges en 2015, l'action de 2016 devra aboutir à la rédaction d'une note avec spécifications techniques de l'étude de démonstration en 2017.

F2b - Volet bioessais (couplage bioessais *in vitro* / *in vivo*) – (INERIS, Irstea, IFREMER)

Sur 20 sites de l'étude de démonstration, application d'une batterie de bioessais *in vitro* (5 tests) / *in vivo* (effets perturbateurs endocriniens) sur échantillonneurs passifs.

Objectif : démonstration de la corrélation entre les réponses *in vitro* et *in vivo* (à commencer par les effets perturbateurs endocriniens) afin d'arriver à définir des valeurs seuil pour l'application des tests *in vitro* comme outils de screening dans la future surveillance (pour le classement des masses d'eau en complément à l'analyse chimique). Afin de comparer les différents outils de prélèvements, cette approche sera déployée sur 3 types d'échantillons par site : eau, extrait EIP polaire (POCIS) et extrait EIP apolaire (membrane silicone).

- 2016 : Préparation de l'étude : définition des prérequis techniques, vérification des protocoles pour application des bioessais sur EIP POCIS et membrane polymérique, sélection de la méthodologie analytique à associer aux bioessais.

Communication

Publications scientifiques sur les résultats de l'étude de démonstration, note de positionnement d'Aquaref avec large dissémination au niveau européen (EC DG ENV).

Autres produits de communication pourront être programmés pour mieux adresser les différents organismes cibles sur les résultats de cette action.

Valorisation et transfert

Transfert vers DG ENV (WG « Chemicals »), réseau NORMAN et les autres Etats Membres dans le cadre des travaux de révision de la DCE.

Transfert vers D pour les développements analytiques.

Transfert vers H, vers E pour OCIL.

Transfert vers Pôles de compétitivité : Hydréos ; DREAM.

2. Travaux antérieurs

Les travaux antérieurs du Thème F se sont focalisés sur l'amélioration des connaissances, sur l'amélioration des performances et la maîtrise des méthodes de mesure pour des substances peu ou pas du tout recherchées dans les programmes de surveillance des agences de l'eau.

Une partie importante des activités de cette action était dédiée à la priorisation des substances selon différents objectifs / actions. C'est grâce aux travaux menés au sein du thème F (en collaboration avec le réseau NORMAN) qu'AQUAREF a pu aboutir à la définition d'un référentiel commun de priorisation des contaminants des milieux aquatiques en 2012². Ainsi de manière tout à fait opérationnelle ces activités ont permis de produire :

- la liste de substances priorisées pour intégration dans l'étude prospective 2012 dans les eaux de surface en métropole et dans les DOM (catégorie 2 du référentiel);
- la proposition de liste de substances spécifiques de l'état écologique (PSEE) pour chaque bassin (catégorie 1 du référentiel) ;
- les propositions pour la sélection des substances de la Feuille de Route Transition Ecologique (FRTE) (Conférence Environnementale pour la Transition Ecologique du 14 et 15 septembre 2012) ;
- les recommandations du CEP pour la liste des « Substances Pertinentes à Surveiller » (SPAS) suite aux résultats de l'étude prospective de 2012 dans les eaux de surface.

A partir de 2014 le volet « Animation scientifique du Comité Experts Priorisation (CEP) » a été inclus dans la Fiche Thème 7 bis de la Convention INERIS-AFB (la partie expertise d'Aquaref sur les aspects métrologiques faisant toujours partie du périmètre de l'Action F).

L'ensemble des travaux au sein de cette action, la veille scientifique et les échanges au niveau européen montrent que la multiplicité des substances présentes dans l'environnement non réglementées et potentiellement responsables d'effets sur l'homme et sur les écosystèmes ne nous permet plus d'utiliser uniquement une approche de type « top-down » avec des substances ciblées et prises en compte individuellement. Il est en effet nécessaire – pour améliorer l'identification des substances responsables des effets observés – de compléter l'approche « top-down » avec une approche du type « bottom-up » (monitoring-based et effect-based) basée sur les résultats des techniques d'analyse chimique non-ciblée et sur l'application combinée d'outils biologiques qui permettent d'identifier les contaminants émergents d'intérêt au-delà des substances déjà ciblées selon les connaissances actuelles.

Ces nouvelles avancées technologiques et les résultats de la veille scientifique ont donc déterminé la réorientation des actions du Thème F qui se veut, dans le cadre de la programmation 2016-2018, comme une action complémentaire à l'Action G. L'action F prévoit la veille scientifique, l'amélioration et la démonstration sur le terrain (exercices de démonstration suivis par recommandations / notes de position) de méthodes de mesure et de stratégies de surveillance nouvelles (basées sur l'application intégrée d'outils innovants validés – Thème G) pour une mise en évidence plus robuste des contaminants chimiques (réglementés et non réglementés) responsables des effets observés sur les milieux aquatiques.

Au vu de l'évolution rapide de ces nouvelles approches de surveillance, la collaboration des experts d'AQUAREF dans les travaux du réseau NORMAN dans ce domaine est cruciale pour permettre d'avancer de manière plus efficace et harmonisée au niveau européen grâce aux échanges avec les autres partenaires (cf. le programme d'initiatives du réseau NORMAN – Annual Joint Programme of Activities <http://www.norman-network.net/?q=node/135>).

² Dulio, V. et Andres S. (2012). Référentiel méthodologique pour la priorisation des micropolluants des milieux aquatiques établi par le Comité d'Experts National pour la priorisation des micropolluants aquatiques (CEP)

3. Jalons, étapes et calendrier

Les jalons coïncident avec les livrables et rapport d'avancement décrits dans la section suivante.

4. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Résultats prévus		Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1, T2, T3, T4) et année
2016				
F1a	Liste des métabolites de pesticides présentant un intérêt pour la surveillance et état des lieux des capacités analytiques	BRGM	averti	T4 2016
F1b	Compte-rendu annuel et communication/diffusion vers les opérateurs de la surveillance sur les approches non-target screening	BRGM	averti	T4 2016
F2a, F2b	Note avec les spécifications techniques pour démarrage de l'étude de démonstration en 2017	Irstea (F2a), INERIS (F2b)	averti	T4 2016
2017				
F1a	Liste des métabolites de pesticides présentant un intérêt pour la surveillance et état des lieux des capacités analytiques (listes intermédiaires)	BRGM	averti	T4 2017
F1d3	Note de positionnement sur l'intégration des EIP dans le RSP et (en annexe) conclusions sur la faisabilité de mise en œuvre d'EIP comme support pour l'analyse des molécules prioritaires par le CEP dans le cadre de l'étude EMNAT 2018	BRGM	averti	T4 2017
2018				
F1a	Rapport final : Actualisation des listes des métabolites de pesticides présentant un risque de transfert vers les ESO et état des lieux des capacités analytiques	BRGM	averti	T4 2018
F1b	Compte-rendu annuel et communication/diffusion vers les opérateurs de la surveillance sur les approches non-target screening	BRGM	averti	T4 2018
F1d1	Rapport sur les résultats 2016-2017 de surveillance de la liste de vigilance	BRGM	averti	T4 2018
F1f	Note de synthèse sur le potentiel des outils isotopiques	BRGM	averti	T4 2018

* novice, averti, expert

5. Perspectives de l'action

Contribution à la révision de la DCE

6. Gouvernance

Toutes les actions du Thème F sont réalisées en étroite collaboration avec le réseau NORMAN afin de bénéficier de l'avancée des réflexions et des résultats des travaux de recherche au niveau européen.

L'action F1c porte sur les contributions d'Aquaref aux travaux de priorisation du Comité d'Experts Priorisation (CEP) dont le co-pilotage est assuré par l'INERIS et l'AFB.

Le montage de l'étude de démonstration (action F2) est assuré en étroite collaboration avec l'AFB et les Agences de l'Eau.

THÈME G

**Valider et transférer des méthodes
et technologies innovantes**

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Valider et transférer des méthodes et technologies innovantes
Action n°	Aquaref Thème G
Programmation AFB	
Contexte de l'action	De nouveaux outils doivent être développés et mis en œuvre dans le but d'une part d'apporter des informations complémentaires et pertinentes pour caractériser l'état chimique des masses d'eau, et d'autre part, d'améliorer la représentativité des mesures dans le futur tout en optimisant le coût de la surveillance. Le développement et la maîtrise de nouveaux outils d'échantillonnage intégratifs dans le temps permettront, par exemple, d'intégrer le suivi des concentrations de certains micropolluants dans les milieux aquatiques récepteurs et ainsi de mieux caractériser la contamination chimique d'un écosystème aquatique. La surveillance du milieu aquatique peut ainsi être envisagée sous d'autres formes que celles habituellement proposées dans les textes réglementaires relatifs à la surveillance, surtout en termes de méthodes complémentaires. Pour autant, ces méthodes complémentaires et nouveaux outils doivent faire l'objet d'une attention aussi importante que les techniques « usuelles » en termes de validation de protocoles, de métrologie et d'encadrement des performances, voire leur utilisation à termes. Il peut s'agir de la mesure en continu de paramètres physico-chimiques ou de l'échantillonnage de micropolluants <i>in situ</i> (capteurs en ligne et échantillonneurs intégratifs passifs), d'approches innovantes qui visent davantage à mesurer les effets et l'impact des mélanges de substances sur le biote (méthodes basées sur les effets biologiques) ou encore de méthodes analytiques non ciblées afin d'identifier les substances responsables des effets observés. En termes d'appui à la surveillance, il est particulièrement question d'apporter des éclairages sur les performances, puis typologies et domaines d'application des méthodes et technologies innovantes pour la mise en évidence, l'identification, voire la quantification de contaminants dans l'eau, le biote ou les sédiments, ainsi que la qualification physico-chimique des eaux. Par ailleurs, il est proposé des approches couplées, mettant en synergie les avantages de divers outils (par ex. : tests cellulaires avec prélèvements des sédiments ou extraits d'échantillonneurs passifs, biomarqueurs d'exposition ou d'effets en lien avec surveillance état chimique biote,...).
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	Répondre aux futures exigences de la DCE : - Produire une veille et un inventaire des nouveaux outils et connaissances pour optimiser les stratégies de surveillance par la suite - Développer et harmoniser des outils innovants de prélèvement, d'analyse ou de caractérisation des effets, pour l'identification et la quantification des substances chimiques dans les eaux. - Définir des critères partagés de caractérisation des performances et de validation des outils innovants (échantillonneurs passifs, capteurs), de nouvelles approches (non target screening, biomarqueurs, bioessais) en termes d'anticipation de la future surveillance. Proposer des méthodes intégrées, mettant notamment en synergie ces dispositifs d'échantillonnage et d'analyse <i>in situ</i> et les nouvelles approches. - Réaliser ces étapes de validation et proposer des référentiels d'interprétation des résultats. - Enfin, assurer le transfert opérationnel des outils innovants, nouvelles approches et méthodes intégrées.

Résumé de l'action au titre de la convention 2016-2018	Au titre des objectifs Aquaref 2016-2018, il est notamment question de :		
	Valider de nouveaux outils et les mettre à disposition		
	• Définir des critères partagés de caractérisation des performances et de validation des outils innovants, et des référentiels d'interprétation des résultats (sous-thème G1) • Valider les outils. Il s'agit essentiellement de production et de mise à disposition de connaissances (sous-thème G2) • Assurer le transfert opérationnel des outils innovants (sous-thème G3)		
	Intégrer les nouveaux outils et connaissances pour optimiser les stratégies de surveillance		
Acteurs	Responsable Opérateur :		
	BRGM	A. Togola	
	IFREMER	J-L. Gonzalez, C. Tixier	
	INERIS	F. Lestremau, P. Pandard	
	Irstea	N. Mazzella (Pilote de thème), C. Miège	
	LNE	N. Guigues (Co-Pilote capteurs et kits commerciaux)	
	Autres correspondants Opérateur :		
	BRGM	C. Berho, J-P. Ghestem	
	IFREMER	B. Andral	
	INERIS	B. Lepot, S. Aït-Aïssa	
	Irstea	M. Coquery, C. Margoum, A. Dabrin, M. Masson	
	LNE	S. Lardy-Fontan, J. Cabillic, S. Raveau	
	Correspondant AFB :	P-F. Staub	
	Autres correspondants AFB :	O. Perceval	
Actions liées	Aquaref Thème F - Nouveaux outils et connaissances pour optimiser les stratégies de surveillance		
	Aquaref fiche RSP-EIP - Surveillance prospective - évaluation de la pertinence des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour la surveillance des milieux aquatiques		
Date de rédaction de la fiche	10 juillet 2017	Version	V1

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Les nouvelles méthodes de mesures et d'échantillonnage sont des éléments clefs afin d'améliorer la pertinence de la surveillance des milieux. L'objectif de ce thème est de permettre l'intégration de ces nouvelles méthodes, souvent issues de projets de recherche ou d'innovations technologiques dans les programmes de surveillance, en améliorant la connaissance, assurant la prise en compte par les opérateurs de la surveillance et validant la qualité des données produites.

Les échantillonneurs passifs permettent de concentrer les contaminants et offrent de grands avantages par rapport aux prélèvements classiques d'échantillons d'eau. En effet, ces techniques permettent d'obtenir des mesures intégrées sur la durée d'exposition, en plus d'une diminution des limites de détection et de quantification. Les travaux antérieurs ont conduit à la diffusion de plusieurs fiches méthodes détaillées suite aux développements et la validation d'outils, à la détermination des domaines d'application ou encore la robustesse et l'évaluation de critères de performance via des guides et synthèses, ainsi que des premiers exercices de démonstration tels qu'un essai d'intercomparaison *in situ* pour des substances prioritaires.

Désormais, il ressort un besoin de recommandations de référence formalisées pour l'utilisation (prélèvement et analyse, expression de l'incertitude de mesure, conditions d'applicabilité des résultats au regard de la réglementation, dont évaluation de l'état chimique) des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour les domaines d'application prioritaires suivants :

- substances organiques hydrophobes prioritaires en eaux de surface continentales (en complément/accompagnement de l'échantillonnage biote)
- les bénéfices de l'utilisation des échantillonneurs passifs pour les composés organiques hydrophiles prioritaires ou émergents en eaux de surface (intégration de pics/forte dynamique de la contamination en lien avec rejets ou encore mobilité et transfert rapide de ces substances)
- substances prioritaires non compatibles avec un échantillonnage biote ou eau (notamment milieu marin)

Pour ces domaines d'applications identifiés, il ressort un besoin d'étude pilote ciblée suffisamment étendue (dans l'espace et le temps) pour apprécier les performances effectives des échantillonneurs passifs au regard de la surveillance¹. Ce type d'étude de démonstration est actuellement en cours de réflexion (thème G de la programmation Aquaref 2013-2015) et fait d'ailleurs l'objet de la rédaction d'un cahier des charges ainsi qu'une rencontre spécifique avec les Agences et Offices de l'eau afin de préciser les besoins et attentes en 2015. La réalisation d'une telle étude est partagée entre le **thème G pour ce qui est de la phase de développement, validation, ainsi que phases de transferts et formation préalables** (ce qui portera aussi bien sur le déploiement, l'analyse et l'interprétation/formalisation des données) et le **thème F concernant la réalisation de la campagne, puis les préconisations qui en découleront en termes d'évolution de la surveillance des milieux aquatiques**.

En ce qui concerne les capteurs et kits, il est nécessaire de poursuivre les actions de veille techniques et scientifiques engagées depuis 2008, afin de mettre à disposition des utilisateurs des informations pertinentes et à jour sur **ces outils complémentaires à la surveillance**. De plus, les travaux engagés sur les protocoles d'évaluation de performances depuis 2012 au sein d'Aquaref sont primordiaux afin de disposer de protocoles harmonisés, adaptés à chaque outil et facile de mise en application. Ces travaux sont en lien avec la normalisation française (commission T90L) et européenne (groupe de travail CEN TC230 WG4). Enfin, il ressort un besoin d'évaluer les performances des dispositifs de mesure en continu et portable, ainsi que les kits, en conditions contrôlées de laboratoire et en conditions réelles sur site, pour permettre aux utilisateurs de choisir l'instrument de mesure le mieux

¹ Surveillance de la qualité des milieux aquatiques (Chimie, Physico-chimie et Hydrobiologie), Recueil des besoins en termes d'appui, de méthodes et d'outils - Période 2015-2018. AFB, 20 p.

adapté à leurs besoins et les rassurer sur la fiabilité des capteurs sélectionnés pour une application donnée (par exemple suivi des eaux de surface, suivi des rejets urbains ou industriels dans le milieu). **Les outils dont les performances auront été évaluées pourront être intégrés dans l'exercice de démonstration programmé dans le thème F (voir ci-dessus).**

Un autre volet du thème G porte sur l'**évaluation du potentiel toxique** dans les milieux via des outils biologiques. Parallèlement au développement et la proposition de technique d'échantillonnage ou d'analyse en continu *in situ*, l'autre enjeu pour la future surveillance repose sur des méthodes et approches basées sur la caractérisation des effets de la contamination chimique, permettant de **cibler spécifiquement des activités biologiques** (par ex. activité oestrogénique) et des **modes d'action** (par ex. inhibition de voies enzymatiques, de la photosynthèse au niveau des producteurs primaires) ou bien **d'intégrer les « effets cocktails » de contaminants**, ainsi que leurs produits de transformation, sur les biocénoses aquatiques.

Il s'agit notamment de déterminer les typologies d'application des outils basés sur des descripteurs d'effets (bioessais *in vitro* et *in vivo*, biomarqueurs), de définir des critères partagés de validation de ces outils, puis d'évaluer leur apport pour le diagnostic de pollutions et, à termes, pour la surveillance de la qualité des milieux.

Ces approches biologiques peuvent par ailleurs être couplées à des techniques chimiques, soit en termes d'analyse comme la réalisation de **screening non-ciblés** afin d'obtenir une vision plus exhaustive des substances responsables des effets observés (incluant la caractérisation de métabolites), soit en termes d'utilisation de cocktails de substances isolés directement *in situ* au moyen d'EIP, par exemple.

Dans l'ensemble, les travaux entrepris dans le thème G viennent en amont et alimentent à moyen terme (révision de la DCE en 2019) la phase d'intégration en surveillance réglementaire d'outils innovants (échantillonneurs intégratifs passifs, outils biologiques, capteurs, ...) et mettent en lumière des possibles synergies et complémentarités, à la fois en termes de méthodologies de développement, de validation et de d'applications.

G0 - Pilotage du thème (Irstea, LNE)

Animation de la programmation, du suivi de l'avancement, de la finalisation (livrables) et de la valorisation des travaux du thème : incluant pour 2016 la contribution à la refonte du site Aquaref, présentation, classement, structuration des livrables du thème, ...

G1 - Identification et potentialité des nouveaux outils pour la surveillance

G1a - Veille, inventaire et panorama des capteurs, systèmes de mesure en ligne et kits de dosage commerciaux

L'objectif de cette action est de disposer d'une veille technique et scientifique sur les capteurs et kits permettant de réaliser soit des mesures rapides (sur site ou au laboratoire), soit des mesures à haute fréquence.

G1a1 Dispositifs de mesure en continu et portables disponibles commercialement (LNE, INERIS, BRGM)

En 2012 un inventaire des dispositifs de mesure en continu et portable disponibles commercialement, ainsi qu'une synthèse sur les retours d'expériences sur leur utilisation, ont été réalisés. Il est proposé en 2016 de mettre à jour cet inventaire, afin d'intégrer les nouveaux dispositifs développés depuis 4 ans.

- 2016 Mise à jour du panorama réalisé en 2012

G1a2 Inventaire des kits disponibles commercialement (LNE, INERIS, BRGM)

Afin de compléter l'inventaire des dispositifs de mesure en continu et portable disponibles commercialement, il est proposé en 2017 de réaliser un inventaire des kits (Elisa, bioessais etc.) disponibles sur le marché pour l'analyse des substances réglementées DCE.

- 2017 Inventaire des kits pour macro et micropolluants (Elisa et autres)

G1a3 Veille sur les nouveaux capteurs (Irstea, INERIS)

- 2016 En complément de l'inventaire des dispositifs de mesure en continu et portables disponibles commercialement, il est proposé de réaliser un inventaire bibliographique (via projets nationaux, projets européens et publications scientifiques) des capteurs en développement (non commercialisés) pour les substances réglementées DCE et pour les composés majeurs permettant la caractérisation globale des eaux (e.g. calcium, matières organiques...).
- 2017 Mise à jour de l'inventaire bibliographique sur les capteurs en développement.
- 2018 Mise à jour de l'inventaire bibliographique sur les capteurs en développement.

G2 - Validation des outils innovants et référentiels d'interprétation des résultats

G2a - Evaluation des performances des capteurs et systèmes de mesure en continu in situG2a1 Application de nouveaux capteurs de mesure en continu in situ dans les eaux de rejets ou de surface (Irstea)

L'objectif est de tester de nouveaux capteurs non commercialisés pour le suivi de substances réglementées DCE ou de composés majeurs permettant la caractérisation globale des eaux (e.g. calcium, matières organiques...) dans les eaux de rejet et de surface.

- 2016 En se basant sur la veille sur les nouveaux capteurs, nous proposons de réaliser un premier choix de capteurs pertinents (type électrochimique, optique...) pour lesquels il sera possible de réaliser des tests sur le terrain en collaboration avec les personnes développant les capteurs sélectionnés
- 2018 ([sous réserve de financement adéquat](#)) En se basant sur les protocoles d'évaluation de dispositifs en continu et portables en cours, les performances des capteurs sélectionnés seront évaluées en conditions opérationnelles de déploiement in situ dans des eaux de rejet et/ou de surface. [Action annulée](#)

G2a2 Evaluations de dispositifs commerciaux de mesure en continu et portables (LNE, INERIS, Irstea)

L'objectif de cette tâche est d'acquérir des connaissances sur les performances des capteurs pour la mesure en continu de paramètres clés dans les eaux résiduaires et évaluer leur compatibilité avec les niveaux mesurés dans ces eaux.

Du point de vue d'un utilisateur, il est nécessaire pour faire un choix de capteurs de connaître à la fois l'offre sur le marché aujourd'hui et à venir, puis les performances des capteurs. En effet, pour qu'un capteur soit utilisé de manière pertinente, il doit être adapté à ce que l'on veut mesurer et ses performances doivent être compatibles avec l'objectif de la mesure ou l'usage prévu pour ce capteur. Par ailleurs, l'évaluation des performances des capteurs est une étape clé dans la reconnaissance de ces outils pour la surveillance de l'eau et des milieux aquatiques.

En 2013-2015, Aquaref a conçu et réalisé l'évaluation des performances en conditions contrôlées et en conditions réelles de 26 capteurs pour le suivi en continu des nutriments et de la matière organique dans les cours d'eau (l'Oise à Verneuil en Halatte). Les résultats de cette évaluation ont permis de mettre en évidence les capteurs les mieux adaptés aux concentrations mesurées dans les cours d'eau ainsi que leur compatibilité avec l'évaluation des seuils de l'état écologique.

Les capteurs de mesure en continu sont particulièrement utilisés pour l'autosurveillance des rejets par

les exploitants comme système d'alerte d'évaluation des flux de polluants, du fait de la variabilité temporelle importante de ces eaux. Le besoin de disposer de capteurs adaptés et performants pour les eaux résiduaires est par conséquent important.

Les matrices des eaux résiduaires étant très différentes des eaux superficielles, il est difficile d'extrapoler les résultats de l'essai conduit en 2013 et 2015. Par ailleurs les paramètres à suivre dans les eaux résiduaires dans le cadre de l'autosurveillance ne sont pas les mêmes qu'en milieu naturel.

Une étude pour caractériser la matière organique dans les eaux résiduaires a démarré par ailleurs en 2016 sur 3 ans par des essais en laboratoire (impact de la taille des particules et colloïdales) au moyen de sondes UV-visible (action G2a3). Les résultats ont montré l'intérêt de ce type de sondes pour suivre des paramètres indicateurs de la matière organique.

- En 2016, l'organisation d'une journée de restitution des essais réalisés en 2015 est prévue. Par ailleurs, une synthèse sur la méthodologie et les protocoles d'évaluation mis en œuvre, incluant un retour d'expérience ainsi que sur les résultats obtenus est proposé. Cette synthèse pourra être diffusée auprès des gestionnaires et des collectivités.

G2a3 Caractérisation des matières organiques par les sondes spectro UV-Vis (Irstea, LNE)

Poursuite de l'étude sur la faisabilité d'utilisation des sondes spectrophotométriques pour la caractérisation de la matière organique (2015). L'objectif est d'accéder à une information qualitative de la matière organique (ex. degré d'aromaticité, poids moléculaire...), en complément de l'information quantitative qu'apporte ce type d'appareil, afin de pouvoir, par exemple, tracer les sources de matière organique ou suivre l'évolution de dégradation.

- 2016 Réalisation de tests en laboratoire pour démontrer le potentiel des sondes spectrophotométriques pour caractériser globalement la matière organique dans les eaux de rejet et de surface.
- 2017 Suite aux essais en laboratoire, nous proposons des déploiements en eaux de rejet et de surface afin de démontrer l'intérêt de ces sondes pour le suivi spatial et/ou temporel de la qualité de la matière organique. Afin d'augmenter les informations sur la qualité de la matière organique, une étude de la combinaison possible avec les sondes fluorescence est aussi envisagée.
- 2018 Suite des essais in situ et synthèse ([complément de financement demandé sur socle 2015 pour Irstea, correspondant au report de subvention de l'action G2a1 annulée en 2018](#)).

G2b - Amélioration ou validation in situ des techniques d'échantillonnage passif

G2b1 Technique SBSE in situ (IFREMER, Irstea)

Différents travaux menés ont montré l'intérêt de la technique SBSE du fait : de la facilité de sa mise en œuvre, du grand nombre de composés hydrophobes (et "moyennement" polaires) qui peuvent être échantillonnés avec cette technique ; de l'abaissement notable des limites de quantification, notamment pour de nombreux composés pour lesquels les limites fixées par la DCE sont difficiles à atteindre.

De nombreuses applications de cette technique sous sa forme "classique" (extraction d'un échantillon ponctuel) ont été réalisées, l'utilisation de la SBSE in situ (sous forme intégrative) permettrait de suivre en "continu" l'effet des contaminations et d'intégrer les variations temporelles des concentrations d'une relativement large gamme de contaminants. Les premiers essais en eaux douces de la SBSE in situ ont montré des résultats prometteurs.

L'objectif de l'action proposée est de réaliser des premiers essais d'application en milieu marin de cette technique sous forme intégrative. Le but principal sera de déterminer le nombre de molécules mesurables grâce à cette technique, les limites de quantification et la reproductibilité de la méthode.

- 2016 et 2017 Premiers tests de la technique SBSE intégrative en milieu marin (essais pour PCB, HAP, pesticides hydrophobes).

G2b2 Evaluation in situ de la dynamique des métaux (As, Hg par DGT) et pesticides (POCIS, passive SBSE/tige silicone) (Irstea, BRGM)

En 2015, une étude en laboratoire (POCIS/pesticides) a été réalisée pour apporter les premiers

éléments sur la prise en compte des pics de contamination.

- 2016 Etude de l'intégration des pics de contamination/représentativité temporelle comparée aux prélèvements ponctuels selon différentes fréquences : juger de l'apport des propriétés intégratives (concentrations moyennes pondérées sur la durée d'exposition du dispositif) par rapport à la dynamique des pesticides et métaux en cours d'eau (périodes d'usages, rejets ponctuels, pics de contamination lors d'une crue, etc.). Cette dynamique sera évaluée au moyen de prélèvements ponctuels à fréquences variables (pas de temps mensuel, hebdomadaire, quotidien, ...) et les concentrations moyennes obtenues par ces différentes techniques seront comparées avec celles issues des DGT, POCIS, passive SBSE/tiges silicone exposés simultanément. Ces expérimentations seront réalisées sur 2 bassins versants contrastés en termes d'usages et de dynamique de transfert de polluants. Elles permettront d'optimiser la période d'exposition des EIP en fonction des objectifs de la surveillance et des conditions.
- 2017 Synthèse opérationnelle des résultats obtenus en laboratoire (programmation 2013-2015) et sur le terrain en 2016.

G2b3 Déploiement/mise en place piège MES (LNE, Irstea)

Les pièges à matières en suspension peuvent être définis comme des systèmes intégratifs car ils collectent les particules en suspension de la masse d'eau sur plusieurs jours. Le temps d'exposition nécessaire dépend de la quantité de particules en suspension transportés au sein de la masse d'eau. L'objectif de cette action est d'évaluer le potentiel de ce type d'outils dans le cadre de la surveillance de la contamination chimique des milieux aquatiques, notamment :

- complémentarité de ce type d'approche par rapport aux échantillonneurs intégratifs pour améliorer la représentativité de l'évaluation de la contamination chimique des milieux aquatiques ;
- complémentarité de ce type d'approche par rapport aux échantillonneurs intégratifs pour répondre aux exigences de surveillance de l'état chimique NQE et fraction eau totale.
- potentiel de ce type d'approche dans le suivi en tendance de la contamination chimique des masses d'eau.

L'action se structurera de la manière suivante :

- 2016 (LNE, Irstea) Etat de l'art incluant les méthodologies de mise en œuvre de pièges MES pour le suivi de la contamination chimique des masses d'eau. Cahier des charges pour déploiements dans le cadre de l'exercice de démonstration large échelle EIP.
- 2018 (Irstea) Suite à la note de synthèse de 2016, nous proposons une note technique sur l'utilisation de cet outil intégratif comparé à des prélèvements ponctuels de matières en suspension (modalités de déploiement de l'outil, biais granulométrique lié cet échantillonnage).
Ce travail est un complément des travaux menés dans le cadre de l'action de l'évaluation des tendances dans les sédiments (A3d).

G2b4 Echantillonneurs passifs dans les sédiments - Disponibilité des contaminants - Risque toxique (IFREMER, BRGM, Irstea)

L'intérêt de l'utilisation des EIP en complément/remplacement de la mesure directe dans le sédiment est d'un intérêt croissant dans le cadre des programmes de surveillance pour une meilleure évaluation des risques. Cette technique utilisée en laboratoire permet de déterminer la concentration en contaminant dissous libre (C_{free}) qui est plus représentative de l'exposition des organismes que la concentration totale. Plusieurs études ont déjà montré le lien entre C_{free} et divers aspects biologiques (biodisponibilité, toxicité...). Cependant une application plus systématique et à plus large échelle permettrait de mieux comprendre le lien entre ces deux paramètres en vue, par exemple, d'établir de nouveaux seuils réglementaires.

- 2016 Note de positionnement sur l'intérêt et l'avancée de cette technique (Workshop SETAC ; recommandations CIEM). L'utilisation des EIP dans le cadre de la surveillance des sédiments a fait l'objet de plusieurs Workshop et documents de revue (série spéciale de 6 publications dans Integrated Environmental Assessment and Management; recommandations groupe de travail sur les sédiments marins du CIEM) qui seront retranscrits dans une note de

positionnement. Par ailleurs, des premiers essais en laboratoire sur des sédiments "test" seront effectués pour mettre en place un protocole applicable à une étude à plus large échelle.

G2b6 Amélioration des limites de quantification de la technique POCIS dans le cadre d'une utilisation DCE milieu marin (IFREMER)

L'objectif principal de l'action proposée est d'améliorer les capacités de la technique POCIS pour pouvoir mesurer des composés organiques hydrophiles à des niveaux compatibles avec ceux fixés par la DCE. Cette action est une contribution au transfert de nouvelles méthodes afin de pouvoir les intégrer dans les programmes de surveillance et de faciliter leur mise en œuvre opérationnelle.

Via la technique POCIS, la LQ actuelle du dichlorvos est de l'ordre de 3 ng.L⁻¹, alors que la LQ DCE requise est de 0,02 ng.L⁻¹.

L'objectif sera d'améliorer fortement la LQ en travaillant sur la technique d'extraction-préconcentration. Mais pour descendre aussi bas il faudra aussi améliorer l'outil (développer un POCIS spécifique). A terme, l'outil développé pourrait être utilisé pour d'autres substances.

- 2017 Abaisser la LQ dichlorvos de la technique POCIS pour être compatible par rapport à la LQ fixée par la DCE pour ce composé.

G2b7 Développement d'une méthode d'analyse opérationnelle de la CHLordecone dans l'eau (rivières et eaux littorales de MARTinique par la technique SBSE (Stir Bar Sorptive Extraction) « CHLOMAREP » (IFREMER)

Action intégrée dans le contrat RDI

L'objectif de cette action est de développer et valider une méthode opérationnelle pour le dosage du chlordécone dans l'eau, afin de répondre aux objectifs de la DCE qui cible cette molécule pour l'évaluation de l'état écologique des eaux douces et des eaux littorales de Guadeloupe et de Martinique (PSEE). Les connaissances sur les concentrations présentes dans les eaux littorales sont très partielles en raison des limites actuelles des méthodes d'analyses classiques.

- 2018 Deux pistes de développement seront mises en œuvre simultanément, la première servant à valider la deuxième :
 - un protocole d'extraction-analyse Liq/Liq-LC/MS/MS développé par le LPTC de Bordeaux qui améliorerait les performances analytiques (limite de quantification inférieure au ng/L).
 - l'utilisation de la technique SBSE qui permettrait de réaliser l'extraction sur place et de limiter le transport d'échantillons d'eau volumineux (particulièrement intéressant dans les DOMs).

Cette action sera réalisée en synergie (optimisation des moyens et développements analytiques) avec l'exercice de démonstration EIP (activité #4 du RSP) qui s'attachera à valider en Martinique la pertinence des EIP (membranes silicone – POCIS) pour la mesure du chlordécone.

Les prélèvements servant de support pour les analyses seront réalisés sur une radiale terre-mer (site contaminé de la baie du Galion) permettant de développer également la technique pour apporter des connaissances sur la cinétique de contamination en mer (saisonnalité, dilution). L'objectif est de permettre à terme de réaliser l'extraction sur place et de limiter le transport d'échantillons d'eau volumineux si les techniques intégratives ne fournissaient pas de résultats opérationnels pour cette molécule.

G2c - Analyses non-ciblées, identification de métabolites d'intérêt

G2c1 Application approche non target screening sur site pilote – objectif : comparaison des pratiques des laboratoires et recommandations pour application dans la future surveillance (BRGM, INERIS, LNE, Irstea)

L'objectif de cette action est de permettre l'intégration des approches non-target screening (NTS) aux programmes de surveillance, à la fois pour le monitoring chimique, mais aussi pour le couplage avec les approches biologiques (lien avec les bioessais, approches EDA).

- En 2016, l'objectif du travail sera, au travers d'une comparaison des pratiques des laboratoires, d'évaluer l'impact des méthodes de retraitement du signal (à ce jour spécifiques à chaque laboratoire) sur les résultats et informations obtenues (empreinte chimique, identification de substances, semi-quantification). Pour ce faire, deux matériaux : 1 extrait analytique d'un échantillon d'eau et 1 extrait analytique d'un échantillon POCIS (post déploiement) seront distribués à chacun des laboratoires. Le travail sur un fichier unique commun (analyse effectuée par un laboratoire et retraitement de ce fichier par tous les acteurs) est en réflexion.
Les observations et conclusions permettront de commencer l'élaboration d'un cahier des charges/guide pour harmoniser les méthodologies et ainsi améliorer la qualité et la comparabilité des informations obtenues par NTS. Cela nous permettra de montrer l'impact de ce volet retraitement sur les résultats fournis et peut-être de préconiser une méthodologie de retraitement (en fonction de/des objectifs) à appliquer dans le cadre de l'application « prospective » qui nous intéresse.
- En 2017, l'action a pour but d'intégrer l'intégralité de la chaîne de mesure, en incluant les étapes d'extraction en amont du retraitement. La réalisation de cet essai comparatif s'effectuera sur 2 à 3 sites sélectionnés parmi les sites de la campagne de démonstration afin de bénéficier des analyses effectuées pour ce suivi et mutualiser les moyens. La comparaison de plusieurs méthodologies extraction/analyse pourra s'avérer pertinente (EIP-POCIS ; extraction, injection directe...) afin de déterminer les avantages et inconvénients en termes de chaque couple support/analyse (gain/perte d'informations, sensibilité, complexité du traitement ...).
- L'objectif de 2018, serait :
 - d'effectuer un bilan de l'essai comparatif (2016 et 2017) ;
 - d'intégrer ces préconisations pour l'application des techniques de non-target screening pour la future surveillance ;
 - de valider un outil pour la prédiction des temps de rétention des composés analysés en chromatographie liquide afin d'améliorer l'identification de composés inconnus et réduire ainsi le nombre de faux positifs. Il permettra également de s'intégrer dans les recommandations sur la gestion des données en disposant d'un outil permettant de normaliser les données chromatographiques ([complément de financement demandé en 2018, par rapport au socle déjà arbitré en 2015, pour INERIS et Irstea uniquement](#)).

L'intervention d'équipes extérieures au consortium Aquaref sera souhaitable et encouragée afin de permettre une représentation de la majorité des appareils de HRMS et de tous les logiciels de traitement existants. A noter qu'un groupe national a été mis en place dès 2015.

G2d - Inventaire, développement et validation des méthodes basées sur les effets biologiques et approches couplées

G2d1 Définition des critères de validation des outils biologiques dans la perspective de leur intégration dans le cadre de la surveillance (INERIS)

- 2016 Recensement des outils biologiques existants pour la caractérisation écotoxicologique des rejets et des eaux superficielles (identification du stade de développement normatif, intégration de ces outils dans un cadre réglementaire, état des lieux de l'utilisation effective de ces outils).
- 2017 Réflexion/Elaboration de critères scientifiques et technico-économiques ainsi que des modalités d'attribution de ces critères et leur hiérarchisation. Sollicitation du GT NORMAN "Bioessais" pour l'élaboration de ces critères de sélection des bioessais. Mise en place d'un groupe miroir national intégrant utilisateurs (bureau d'études...) et gestionnaires (Agences de l'eau, AFB, DEB, ...).
- 2018 Recommandations relatives à la sélection des outils biologiques pour le suivi de la qualité des eaux des rejets et des eaux superficielles.

G2d2 Validation de la mesure de l'activité oestrogénique dans les matrices environnementales (INERIS)

- 2016 Poursuite de l'action G3b en cours (programmation 2015) : participation au projet "SPI-Effect-based and chemical analytical monitoring for the steroidal estrogens: An international project to cope with a monitoring challenge" (2014-2016).

G3 - Assurer le transfert opérationnel des outils innovants

G3a – Opportunités d'utilisation dans la surveillance des dispositifs de mesures portables et/ou en continu

G3a1 Note de position sur les opportunités dans la surveillance des capteurs et kits pour des mesures portables et/ou en continu (LNE, INERIS, BRGM, Irstea)

- En 2016 il est proposé de rédiger une note de position sur les opportunités d'utiliser dans la surveillance des capteurs, dispositifs de mesure en continu et portable ainsi que des kits, comme outils complémentaires pour améliorer le diagnostic de l'état des masses d'eau. Cette note intégrera les études passées (par exemple les résultats du projet européen SWIFT-WFD) ou en cours, ainsi que l'actualité des discussions ayant lieu au sein des pôles de compétitivité, et du GT Métrologie piloté par le CGDD du Ministère de l'Environnement.

G3a2 Identification des apports de la mesure en continu pour la surveillance des rejets aqueux (LNE, INERIS, IRSTEA)

Il s'agit de pouvoir répondre à la question suivante : que peut apporter la mesure en continu pour compléter ou appuyer la surveillance réglementaire des rejets mise en œuvre aujourd'hui, surveillance qui est principalement basée sur des bilans 24h à une fréquence définie en fonction de la taille des installations ?

L'objectif est aussi de définir un cadre stratégique global dans lequel les actions Aquaref concernant la métrologie de la mesure en continu pour la surveillance des rejets peuvent s'inscrire.

La mesure en continu est a priori utilisée soit, pour piloter des procédés dans les stations d'épuration et dans l'industrie en général, soit pour le suivi des rejets de ces installations, en complément de la surveillance réglementaire dans ce dernier cas.

Bien que le potentiel d'apport de la mesure en continu dans ces contextes soit perceptible, l'étendue de son utilisation et des besoins de fiabilisation de ce type de mesure, par les maîtres d'ouvrages et exploitants de réseaux d'eaux usées, de stations de traitement urbaines ou industrielles, est aujourd'hui mal connue de la DEB, de l'AFB et d'Aquaref.

Aquaref propose de réaliser une étude auprès d'utilisateurs de terrain, visant à préciser les apports de la mesure en continu dans 3 contextes :

- Le suivi des rejets de STEU. Un couplage de la mesure en continu du débit avec une mesure en continu de paramètres de qualité d'eau (macropolluants) pourrait permettre d'estimer les flux de manière plus fine. Ceci compléterait les bilans 24h qui sont réalisés à une faible fréquence notamment pour les STEU < 2000 EQH.
- Le suivi des réseaux par temps de pluie en temps réel. A noter que la configuration du site peut impacter notablement la surveillance mise en place
- Le suivi des rejets industriels et le pilotage des process.

Aquaref participera à une réunion organisée par la DEB au 2nd semestre 2017 avec les membres du GT assainissement (réunion potentiellement élargie à des représentants de l'industrie ou réunion spécifique avec la DGPR), afin de recueillir de premiers éléments sur les besoins / l'utilisation actuelle de la mesure en continu

- En 2018 il s'agira de :
 - Etablir d'une liste d'environ 20 personnes, représentatives des utilisateurs potentiels de mesure en continu, et de concevoir un questionnaire support. Une validation de cette liste et de ce questionnaire sera faite par la DEB et l'AFB.
 - Réaliser les entretiens
 - Rédiger une note de synthèse incluant une mise en perspective.

Cette note de synthèse permettra de définir un cadre pour la construction de la programmation Aquaref 2019-2021, qui pourrait notamment inclure un essai de démonstration et/ ou des essais de performances pour une ou des applications citées ci-dessus.

G3b - Transfert de compétence et formation au déploiement et à l'analyse des échantillonneurs passifs

Dans le cadre de l'étude de démonstration à large échelle (volet échantillonneurs passifs), il a été envisagé dès 2016 de procéder à une phase de transfert auprès des agents préleveurs, puis des laboratoires prestataires.

*Ce volet transfert a été initié en 2016 dans le cadre du thème G (G3b1, G3b2 et G3b3) et s'inscrit désormais de façon plus globale dans la programmation 2017-2018 de la **surveillance prospective**.*

G3b1 Transfert sur les techniques de traitement et d'analyse des échantillonneurs passifs (LNE, INERIS, Irstea, IFREMER, BRGM)

Organiser le transfert à des labos prestataires des méthodes traitement EIP (DGT, POCIS, Silicone).

- 2016 Réalisation du cahier des charges.

G3b2 Transfert compétences échantillonnage passif (conditionnement et analyses) (IFREMER, LNE)

Suite aux actions de formation à l'utilisation des EIP (DGT, POCIS, SBSE), il sera réalisé le transfert des techniques de traitement des EIP (avant analyse) et des techniques d'analyses aux laboratoires prestataires.

Cette action vient compléter le transfert des techniques de déploiement et mise en œuvre (opération déjà réalisée pour plus de 200 personnes dans les DOMs et métropole). Il s'agit de la suite au transfert de la partie "opérations terrain" avec notamment :

- Contribuer au transfert opérationnel des techniques innovantes et à leur application dans le cadre de la surveillance DCE.
- Transférer les techniques de traitement des EIP (avant analyse) et les techniques d'analyses.

Cette action sera réalisée en lien avec les actions G3b1 et G3b3 (notamment en ce qui concerne la réalisation du cahier des charges et l'organisation, à partir de 2017, d'un éventuel exercice d'intercomparaison des laboratoires participants).

- 2016 Contact et visites des laboratoires potentiellement prestataires. Homogénéisation du cahier des charges avec les autres organismes participant aux actions de transfert des techniques EIP. Démarrage réalisation du support de formation. Formation des laboratoires.

G3b3 Transfert et formation sur le déploiement des échantillonneurs passifs (IFREMER, Irstea, LNE)

- 2016 Organiser le transfert auprès des agents préleveurs pour déploiement et conservation EIP (DGT, POCIS, Silicone). Les milieux à envisager (eaux douces de surface et milieu marin/côtier) lors de la formation ont été définis lors de l'élaboration du cahier des charges en 2015, relatif à l'exercice de démonstration.
Plus précisément, il s'agit dans un premier temps d'identifier et de recenser les supports de formation existants, compléter les supports avec des outils tels que les silicone rubbers, puis enquête auprès des laboratoires/opérateurs à former en 2017-2018 (en lien le volet formation de la fiche RSP-EIP).

G3b6 Mise en place Assurance Qualité/Contrôle Qualité échantillonneurs passifs (LNE, BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea)

2017-2018

* Réflexion avec les parties prenantes AQUAREF, AFB, AFNOR, COFRAC au sujet de l'organisation du contrôle qualité et assurance qualité indispensable au soutien de la mise en œuvre dans un contexte réglementaire des approches de surveillance basées sur EIP.

* Réflexion et échanges avec les organisateurs de comparaisons interlaboratoires (BIPEA/AGLAE/QUASIMEME) sur les possibilités d'organisation d'essais d'aptitude pour évaluer les capacités et la maîtrise des laboratoires aux approches EIP ([complément de financement demandé en 2018, par rapport au socle déjà arbitré en 2015, concernant Irstea](#)).

2. Travaux antérieurs

Un certain nombre d'actions Aquaref menées en 2013-2015 sur ces sujets ont vocation à se poursuivre en 2016-2018.

On peut ici rappeler certaines actions Aquaref concernant les échantillonneurs intégratifs passifs, qui sont parvenus à terme lors de l'exercice 2015 :

- Des actions ont porté sur le développement de nouveaux échantillonneurs passifs prometteurs, en termes notamment d'application à de nouvelles molécules d'intérêt, ainsi que des systèmes automatisés et portables permettant d'échantillonner et concentrer, in situ (eaux douces et salées) et en laboratoire, les contaminants organiques.
- Des démarches globales d'estimation des incertitudes pour les échantillonneurs intégratifs, ainsi que des études de la robustesse de différents dispositifs (DGT, POCIS, passive SBSE).
- La réalisation de transfert des outils vers l'opérationnel avec par ex. un référentiel d'accréditation sur l'échantillonnage passif, la production d'un SOP (standard operating procedure) pour le déploiement de SPMD, rédaction d'un projet de pré-norme DGT.
- Le bilan des opérations "grande échelle" (utilisation DGT, POCIS, SBSE, SPMD) dans les eaux littorales de la Méditerranée et DOM pour des substances prioritaires et émergentes.
- La rédaction d'un texte de position du consortium Aquaref sur application des échantillonneurs passifs pour la mesure des contaminants organiques, puis la réalisation d'un séminaire experts Aquaref/Norman fin 2014.

Concernant les capteurs en ligne et techniques de mesure en continu in situ :

- La production d'une veille scientifique et technique sur les capteurs (par exemple la réalisation d'un panorama des dispositifs de mesure en continu et portable commercialement disponibles ainsi qu'une synthèse sur les protocoles d'évaluation de performances existants)
- Une note sur comment choisir un dispositif de mesure en continu
- Le développement et transfert vers les opérateurs d'un préleveur autonome pour eaux côtières et estuarienne.

Enfin, pour ce qui est des outils biologiques :

- La rédaction de guides méthodologiques pour la mesure de la vitellogénine et de l'intersexe accompagnée d'une note portant sur la procédure de validation de ces biomarqueurs.
- La proposition d'une méthode standardisée d'évaluation d'œstrogènes-équivalents au sein de matrices environnementales complexes avec en particulier, l'identification des méthodes existantes et des besoins méthodologiques, l'élaboration de protocole pour l'évaluation, puis la Participation à un exercice européen d'inter calibration.

3. Jalons, étapes et calendrier

Les jalons coïncident avec les livrables et rapport d'avancement décrits dans la section suivante.

4. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1/T2/T3/T4) et année
2016			
G0 - Pilotage du thème	Irstea / LNE		
G1a1 - Dispositifs de mesure en continu et portables disponibles commercialement - Rapport /synthèse	LNE	novice / averti	T4 2016
G1a3 - Veille sur les nouveaux capteurs - Rapport/synthèse	Irstea	novice / averti	T4 2016
G2a1 - Application de nouveaux capteurs de mesure en continu in situ dans les eaux de rejets ou de surface – Rapport d'étape	Irstea	averti	T4 2016
G2a2 - Évaluations de dispositifs de mesure en continu et portables : journée de restitution et synthèse des évaluations réalisées en 2015	LNE	averti	T4 2016
G2a3 - Caractérisation des matières organiques par les sondes spectro UV-Vis - Rapport - Rapport	Irstea	averti / expert	T4 2016
G2b1 - Technique SBSE in situ - Rapport	IFREMER	expert	T4 2016
G2b2 - Évaluation in situ dynamique métaux, As, Hg (DGT) et pesticides (POCIS, passive SBSE/tige silicone) - Rapport et publication scientifique	Irstea	expert	T4 2016
G2b3 - Déploiement/mise en place de pièges à MES - Rapport	LNE	expert	T4 2016
G2b4 - Échantillonneurs passifs dans les sédiments - Disponibilité des contaminants - Risque toxique - Note/Rapport	IFREMER	averti / expert	T4 2016
G2c1 - Application approche non target screening sur site pilote - objectif : comparaison des pratiques des laboratoires et recommandations pour application dans la future surveillance - rapport d'avancement	BRGM	expert	T4 2016
G2d1 - Définition des critères de validation des outils biologiques dans la perspective de leur intégration dans le cadre de la surveillance - Rapport/Synthèse	INERIS	expert	T4 2016
G2d2 - Validation de la mesure de l'activité oestrogénique dans les matrices environnementales - Rapport	INERIS	expert	T4 2016
G3a - Note de position sur les opportunités dans la surveillance des capteurs et kits pour des mesures portables et/ou en continu - Note	LNE	averti	T4 2016
G3b1 - Transfert techniques traitement, analyse EIP - Rapport	LNE	novice / averti	T4 2016
G3b2 - Transfert compétences EIP (conditionnement et analyses) milieu marin - Rapport/Note	IFREMER	novice / averti	T4 2016
G3b3 - Transfert et formation déploiement EIP - Rapport	IFREMER	novice / averti	T4 2016
2017			
G1a2 - Inventaire des kits disponibles commercialement - Rapport	LNE	novice / averti	T4 2017
G1a3 - Veille sur les nouveaux capteurs - Mise à jour rapport 2016	Irstea	averti	T4 2017
G2a3 - Caractérisation des matières organiques par les sondes spectro UV-Vis - Rapport – Rapport d'étape	Irstea	averti / expert	T4 2017

Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1/T2/T3/T4) et année
2017			
G2b1 - Technique SBSE in situ - Rapport	IFREMER	expert	T4 2017
G2b2 - Évaluation in situ dynamique métaux, As, Hg (DGT) et pesticides (POCIS, passive SBSE/tige silicone) – note de synthèse	Irstea	averti / expert	T4 2017
G2b6 - Amélioration des LQ de la technique POCIS dans le cadre d'une utilisation DCE milieu marin – cas du dichlorvos – rapport	IFREMER	averti / expert	T4 2017
G2c1 - Application approche non target screening sur site pilote - objectif: comparaison des pratiques des laboratoires et recommandations pour application dans la future surveillance - rapport d'avancement	BRGM	expert	T4 2017
G2d1 - Définition des critères de validation des outils biologiques dans la perspective de leur intégration dans le cadre de la surveillance - Note avancement	INERIS	expert	T4 2017
G3b6 - Mise en place Assurance Qualité/Contrôle Qualité échantillonneurs passifs – Rapport d'avancement	LNE	novice / averti	T4 2017
2018			
G1a3 - Veille sur les nouveaux capteurs - Mise à jour rapport 2017	Irstea	averti	T4 2018
G2a3 - Caractérisation des matières organiques par les sondes spectro UV-Vis - Rapport - Rapport	Irstea	averti / expert	T4 2018
G2b3 - Déploiement/mise en place de pièges à MES - Rapport	Irstea	expert	T4 2018
G2b7 - Développement d'une méthode d'analyse opérationnelle de la CHLordecone dans l'eau (rivières et eaux littorales de MARTinique par la technique SBSE (Stir Bar Sorptive Extraction) « CHLOMAREP » Livrable intégré au contrat RDI	IFREMER	averti / expert	T4 2018
G2c1 - Application approche non target screening sur site pilote – objectif : comparaison des pratiques des laboratoires et recommandations pour application dans la future surveillance - Rapport	BRGM	expert	T4 2018
G2c1 - Validation d'un outil pour la prédiction des temps de rétention et recommandations sur la gestion des données chromatographiques - Rapport	INERIS	expert	T4 2018
G2d1 - Définition des critères de validation des outils biologiques dans la perspective de leur intégration dans le cadre de la surveillance - Rapport final	INERIS	expert	T4 2018
G3a2 - Note sur les besoins et les apports de la mesure en continu pour la surveillance des rejets aqueux	LNE/INERIS	averti	T4 2018
G3b6 - Mise en place Assurance Qualité/Contrôle Qualité échantillonneurs passifs - Rapport	LNE	novice / averti	T4 2018

* novice, averti, expert

5. Perspectives de l'action (le cas échéant)

Action permanente qui vise à améliorer les outils de la future surveillance DCE, à mieux définir leur domaine d'application et à élaborer des guides de validation et d'utilisation afin de favoriser le transfert de ces technologies vers l'opérationnel.

6. Gouvernance

La gouvernance de ce thème sera assurée par les responsables d'actions, via des réunions entre les acteurs du thème G, afin de suivre le déroulement et la réalisation technique des travaux. Un point d'étape est envisagé de façon annuelle (mars-avril), en lien avec le thème F, afin d'identifier des opportunités d'actions communes et ajustements qui en découleraient pour la programmation annuelle suivante.

Conformément au processus de validation, tous les livrables de ce thème font l'objet de relectures au sein d'Aquaref.

Un suivi des livrables est effectué lors des CST.

THÈME H

Normalisation – Chimie

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Normalisation - Chimie
Action n°	AQUAREF Thème H
Programmation AFB	
Contexte de l'action	Les experts français des établissements du consortium AQUAREF participent depuis 2002 pour le domaine Chimie, à l'élaboration de positions françaises en matière de normalisation et activités connexes.
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	Analyser les enjeux européens et internationaux en termes de développement de méthodes officielles d'analyses physico-chimiques, et piloter leur mise en œuvre nationale : les experts AQUAREF participent à la définition de la stratégie européenne et internationale, élaborent leur transfert dans le contexte national, et portent en retour les positions françaises à l'international. Ils assurent une veille permanente sur le développement de thématiques supra nationales de surveillance des milieux aquatiques, et un appui aux pouvoirs publics dans le cadre de l'évaluation de ces thématiques. Cette activité constitue en outre un espace d'échange entre AQUAREF et les laboratoires de routine, principaux utilisateurs des méthodes d'analyse normalisées, et impliqués à ce titre dans leur processus de mise au point dans les différents compartiments de la production de résultats de mesure, depuis le prélèvement jusqu'à l'assurance qualité.
Résumé de l'action au titre de la convention 2016-2018	Les sujets suivants seront pilotés : • Échantillonnage des cours d'eaux, plans d'eaux, eaux souterraines, eaux de rejet, sédiments et boues de STEU, • Procédures d'assurance qualité liées à l'audit des opérations sur site, aux méthodes multi résidus, à l'identification des substances d'après leurs spectres de masse et au choix des matrices de validation • Guide pour la conduite d'études de stabilité de paramètres physicochimiques dans les matrices eaux et sédiments • Spécificité de l'échantillonnage destiné à produire des matériaux pour bio essais • Méthodes de mesure sur site : turbidité • Méthodes de caractérisation globalisantes : turbidité (méthode de laboratoire), COD, COT, N_{total} lié, DCO, matière organique dissoute colorée ; • Méthodes de détermination des substances dans les eaux et les sédiments, intégrant la mise en œuvre de technologies innovantes : perchlorates, fluorures, orthophosphates, P_{tot} et Cr VI par injection de flux et/ou flux continu, métaux (62 par ICP/MS), spéciation de l'arsenic, COV par HS/SPME/GC/MS, SCCP sur sédiments, • Méthodes de caractérisation physico-chimiques des boues, • Guides de bonnes pratiques pour l'utilisation ou l'élimination des boues de STEU, De manière similaire aux exercices antérieurs, et, en supplément pour ce cycle : • Bio essais relatifs au potentiel ostrogénique des eaux et des rejets (3 tests), à la toxicité aigüe vis-à-vis d'un rotifère modèle, à l'inhibition du développement algal ou lenticulaire, et des copépodes, • Détermination de la toxicité potentielle d'échantillons aqueux sur le développement embryon-larvaire de bivalves, • Mise en place d'un cadre pour l'évaluation des méthodes de détection in vivo des effets des perturbateurs endocriniens basées sur les batraciens ou les embryons de poissons, ainsi que : • La contribution à la mise à jour périodique des plates formes informatiques de description sémantique des activités (dictionnaires, glossaires, plates formes informatiques de vocabulaire). Ce pilotage sera réalisé au travers de l'animation et/ou de la participation à des réunions d'experts nationales ou internationales, suivant une périodicité décrite dans les tableaux consultables dans les pages suivantes

Acteurs	Responsable Opérateur :		
	BRGM :	J.P. Ghestem	
	IFREMER :	B. Andral	
	INERIS :	M.P. Strub (pilote de thème)	
	LNE :	N. Guigues	
	Autres correspondants Opérateur :		
	BRGM :	L. Amalric	
	IFREMER :	C. Brach-Papa	
	INERIS :	P. Pandard, F. Lestremiau, B. Lepot	
	LNE :	B. Lalère, S. Lardy-Fontan, J. Cabillic, D. Stoica	
Actions liées	Correspondant AFB :	P-F. Staub	
	Autres correspondants :	C. Venturini (DEB), B. Lyan (DGPR)	
	C, D, A, I		
Date de rédaction de la fiche	19 décembre 2017	Version	VF

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Cette action a pour **finalité** :

- Le suivi des travaux de normalisation supranationale, afin de s'assurer que les sujets traités le soient d'une manière conforme aux besoins des prescripteurs, en prenant en compte les limitations des opérateurs nationaux (H1) ;
- Le pilotage des actions nationales de manière à compléter au niveau national les actions européennes par des méthodes de référence sur lesquels un besoin d'harmonisation perdure malgré l'absence de consensus européen (H1) ;
- S'assurer de la robustesse et de validation appropriée des protocoles publiés de manière à conseiller le législateur sur leur utilisation dans le cadre de la surveillance des masses d'eau (H2),

dans le **périmètre** suivant : méthodes de prélèvement, de caractérisation physico-chimiques et écotoxicologiques des eaux superficielles, souterraines, marines et de rejet.

Communication

Chaque réunion planifiée (H1) par les organismes de normalisation nationaux (AFNOR), européen (CEN/TC230, CEN/TC308) ou internationaux (ISO/TC147, ISO/TC275) donne lieu à la diffusion à l'AFB, la DEB, la DGPR, les AE et le BEMA :

- D'une note de briefing, établie sur la base de l'ordre du jour de la réunion, diffusée dès disponibilité de l'ordre du jour, et en tout état de cause avant la date de la réunion,
- D'une note de débriefing faisant la synthèse des discussions et des décisions prises au cours de la réunion, reflétant l'avancement des projets de textes normatifs.

Les réunions de groupes de travail techniques préparatoires aux réunions citées ci-dessus ne font pas l'objet d'un rapportage spécifique, qui est effectué dans le cadre des groupes de rattachement ci-dessus.

L'activité globale fait l'objet de la rédaction d'un rapport de synthèse annuelle (H0) par le pilote, diffusé aux mêmes interlocuteurs.

Valorisation et transfert

La **valorisation** des travaux techniques se déroule en dehors du cadre AQUAREF par la publication de normes, normes expérimentales ou fascicules de documentation par les organismes nationaux ou internationaux. AQUAREF contribue à leur **transfert** par une communication ciblée au sein des groupes nationaux animés, par les journées techniques organisées dans le cadre du thème D3, et par leur prise en compte dans les guides techniques.

2. Travaux antérieurs

L'action H est une action pérenne présente dans la programmation AQUAREF depuis la création du consortium. Elle a donné lieu au suivi et au pilotage des positions françaises pour tout le corpus normatif en prélèvement et physico-chimie depuis 2008.

3. Jalons, étapes et calendrier

Les groupes techniques suivant feront l'objet d'une animation :

Sauf information contraire, les réunions sont d'une journée.

Pour les eaux :

	Nom Commission	Représentant Téléphone – Courriel	Partenaire	Fréquence
QUALITE DES EAUX	AFNOR			
	T90A « Qualité de l'Eau – général »	MP. Strub 03 44 55 66 16 – 06 10 86 02 96 marie-pierre.strub@ineris.fr	INERIS	semestrielle
	T90L « Mesures en continu pour l'eau »	N. Guigues 01 40 43 39 39 Nathalie.guigues@lne.fr	LNE	Quadri- mestrielle
	T90Q « Contrôle Qualité » (incertitudes mesures)	MP. Strub	INERIS	Quadri- mestrielle
	T91B « Eaux-paramètres de base »	J.P. Ghestem 02 38 64 30 74 jp.ghestem@brgm.fr	BRGM	semestrielle
	T91E « Eaux- Échantillonnage et conservation », y compris GTs ad hoc	B. Lepot 03 44 55 68 14 benedicte.lepot@ineris.fr	INERIS	bimestrielle
	T91F « Micropolluants minéraux »	A.Papin 03 44 55 68 09 arnaud.papin@ineris.fr	INERIS	annuelle
	T91G « Eaux marines »	M. Marchand joignable via C. Brach-Papa 02-40-37-41-76, Christophe.Brach.Papa@ifremer.fr	IFREMER	Semestrielle (à partir de 2014)
	T91M « Micropolluants organiques »	MP. Strub	INERIS	Quadri- mestrielle
	GT ad hoc « révision T90-124 »	MP. Strub	INERIS	1 réunion
	T95E « écotoxicologie » ¹	P.Pandard 03 44 55 67 19 pascal.pandard@ineris.fr	INERIS	trimestrielle
	Comité d'Orientation Stratégique 16			
	Eau, milieu & usages	MP. Strub	INERIS	Semestrielle
	CEN TC 230 « qualité de l'eau »			
	TC230 – commission plénière	MP. Strub	INERIS	annuelle
	WG1 « analyse de l'eau – analyse des substances prioritaires de la DCE suivant des méthodes normalisées »	MP. Strub	INERIS	annuelle
	WG4 « analyse de l'eau – échantillonnage automatique, analyseurs en ligne et portables »	N. Guigues	LNE	Annuelle (+ 2 réunions de travail)
	ISO 147 « Qualité de l'eau, méthodes physiques, chimiques et biologiques »			
	SC1 vocabulaire SC2 « Méthodes d'analyses chimiques » chimiques (WGs 48, 59, 65, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 77, réunion plénière) ISO/TC147 réunion plénière	MP. Strub	INERIS	1 semaine / 18 mois : octobre 2016 avril 2018
	SC2 « Méthodes d'analyses chimiques » chimiques (WGs 33, 38, 52, 66, 68, 69, 70, réunion plénière)	JP. Ghestem	BRGM	
	SC5 « Méthodes biologiques » chimiques ¹ (WG 1, 2, 3, 5, 6, 9, 12, réunion plénière)	P. Pandard	INERIS	
	SC6 échantillonnage (WGs 1, 3, 4, 5, 6, 11, 13, 14, réunion plénière)	B. Lepot	INERIS	

en gras : **présidences**

¹ Pour les travaux relatifs aux milieux aquatiques

Les projets suivis (ou portés, en caractères gras) dans le cadre de ces travaux, (programme prévisionnel 2016-2018 à la date de rédaction de cette fiche) sont répertoriés ci-après. Ils comportent en tant que de besoin la revue des documents aux différents stades d'élaboration, ainsi que la participation aux CIL de validation quand la méthode présente un intérêt pour la surveillance des milieux aquatiques et les partenaires AQUAREF disposent des matériels nécessaires, au titre de l'action H2.

Méthodes d'analyse physico-chimiques

- Révision ISO 6107 Vocabulaire
- Révision (NF EN) ISO 7027 Turbidité – partie 1 : méthodes quantitatives ; partie 2 : méthodes semi-quantitatives (dont disque de Secchi)
- Révision Pr ISO 12010 « mesure des SCCP par GC-MS »
- Pr ISO/TR 17722 : Mesure de la matière organique dissoute (CDOM) par cartographie de fluorescence d'excitation-émission (EEM)
- Pr (NF EN) ISO 18635 : "SCCP dans les boues, sédiments et MES de l'eau"
- Pr ISO 19340 "Perchlorate dissous par chromatographie ionique"
- Pr ISO/TS 19620 "spéciation de l'arsenic", porté par la France (= NF T90-140)
- Pr ISO 20236 "mesure du COT, du COD et de l'azote Dumas après combustion oxydante à haute température"
- Pr ISO 20595 « Dosage de composés hautement volatiles organiques sélectionnés - Méthode par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse par la technique de l'espace de tête statique (ET-GC-MS) »
- Pr ISO 20596-1 « Détermination des méthylsiloxanes cyclisés volatils dans les eaux - Méthode par chromatographie en phase gazeuse- spectrométrie de masse (GC-MS) »
- Pr ISO 20596-2 « Détermination des méthylsiloxanes cyclisés volatils dans les eaux - Méthode par chromatographie en phase liquide- spectrométrie de masse (LC-MS) »
- Pr ISO 20950 « analyse des cyanures libres et faiblement dissociés-méthode par échange de ligand, injection de flux, diffusion gazeuse et détection ampérométrique »
- **Pr ISO/TS 21231 « eaux types » porté par la France (= portage à l'ISO de FD T90-230)**
- Pr ISO 21523-1 « critères d'identification des substances d'après leurs spectres de masse »
- **Pr ISO 21253-2 « Critères pour l'évaluation d'une méthode d'analyse multi-résidus » porté par la France (= portage à l'ISO de FD T90-214)**
- Pr ISO 21676 « analyse des résidus médicamenteux dans les eaux » (contribution par la mise à disposition de XP T90-223 « Dosage de certains résidus médicamenteux dans la fraction dissoute des eaux - Méthode par extraction en phase solide et analyse par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS) » et l'appui au chef de projet pour le transfert)
- Pr ISO 21675 « dosage de composés perfluorés » (élargissement d'ISO 25101 « PFOS/PFOA » aux isomères de longueurs de chaînes comprises entre C4 et C12, et à la technique de la LC/MS²)
- Pr ISO 21676 « détermination de principes actifs pharmaceutiques sélectionnés – HPLC-MS² ou -HRMS » dans les eaux et rejets
- Pr ISO 21677 « dosage des retardateurs de flamme poly bromés : HBCDD » (contribution par la mise à disposition de la fiche méthode MA-50 et l'appui au chef de projet pour le transfert)
- Pr ISO 21793 « analyse du COT, Nt et phosphore total après oxydation catalytique à l'ozone »
- Pr ISO 21863 « analyse du méthyl mercure dans l'eau – méthode par GC-MS après phénylation »
- Pr NF « mesure du potentiel redox des eaux souterraines »
- Révision de la norme NF T90-124 "Indice hydrocarbures volatils IHV" (portée par AQUAREF)
- **Pr NF T90-YYY : Guide pour la conduite d'étude de stabilité de paramètres physicochimiques dans les matrices eaux et sédiments**
- **Pr NF T90-XXX : métrologie pour la mesure fine du pH de l'eau de mer**
- **Pr NF T90-ZZZ : Qualité de l'eau - Dosage des métaux - Méthode pour la mesure de concentration en métaux après échantillonnage passif par gradient diffusif en couche mince – résine de type chélatante**

Échantillonnage

- Révision de ISO 5667-1 « Échantillonnage. Partie 1 : guide pour la préparation de campagnes d'échantillonnage et pour la sélection des méthodes »
- Révision de ISO 5667-9 « Échantillonnage. Partie 9 : guide pour l'échantillonnage des eaux marines »
- **Révision de ISO 5667-10 « Échantillonnage. Partie 10 : échantillonnage des rejets » : inclusion de FD T 90-523-2**
- Révision de ISO 5667-12 « Échantillonnage. Partie 12 : Guide général pour l'échantillonnage des sédiments »
- Révision de NF EN ISO 5667-16 « Échantillonnage. Partie 16 : lignes directrices pour les essais biologiques des échantillons »
- Pr ISO 5667-24 « Échantillonnage - Partie 24 : Lignes directrices pour l'audit de l'échantillonnage de la qualité de l'eau »
- **PR FD T 90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et conservation des eaux**
- **Révision de FD T 90-523-1 Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement : Partie 1 : prélèvement d'eau superficielle**
- **Révision de FD T 90-523-2 Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement : Partie 2 : prélèvement d'eau résiduaire**
- **PR FD T 90-523-X : Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement : Partie 1 : prélèvement d'eau de lac**
- **PR FD T 90-523-Y : Spécificités des conditions opérationnelles pour la mise en œuvre des échantillonneurs passifs en eaux littorales métropolitaines et ultramarines (valorisation d'expérience : bilan de l'expérience Ifremer)**

Mesure en continu

- (CEN/TC230) Pr EN 16479 : Exigences de performance et méthodes d'essai de conformité pour les équipements de surveillance de l'eau - Partie 2 : analyseurs en ligne ;
- (Afnor T90Q) Pr FD 90-TTTT : guide de bonnes pratiques en vue de fiabiliser les données obtenues par des dispositifs de mesure en continu et portable – eaux environnementales (déclinaison de l'action C2d 2017 – la partie eaux usées fera l'objet d'une deuxième étape au-delà de l'année 2018).

Ecotoxicologie

- Révision Pr ISO 5815-1 « DBO₅ -dilution et ensemencement à l'allylthiourée »
- Pr ISO 10872 « mesure de l'effet toxique des sédiments et sols sur la croissance, la fertilité et la reproduction de *Caenorhabditis elegans* (nématode) »
- Pr ISO 10634 « guide pour la préparation et le traitement des substances organiques peu solubles dans l'eau en vue de l'évaluation de leur biodégradabilité en milieu aquatique »
- Pr ISO 19040-1 « Détermination du potentiel oestrogénique de l'eau et des eaux usées - Partie 1 : criblage à l'aide d'oestrogène de levure (*Saccharomyces cerevisiae*) »
- Pr ISO 19040-2 - Détermination du potentiel oestrogénique de l'eau et des eaux usées - Partie 2 : criblage à l'aide de l'oestrogène de levure (*adeninivorans Arxula*) »
- Pr ISO 19040-3 « Détermination du potentiel oestrogénique de l'eau et des eaux usées - Partie 3 : test in vitro du gène rapporteur à base de cellules humaines »
- Pr ISO 20227 « mesure de l'inhibition de croissance des eaux, rejets et substances sur la lentille d'eau *Spirodela polyrhiza* -méthode par test biologique miniaturisé avec culture indépendante »
- Pr ISO 21115 « détermination de la toxicité aiguë des substances et échantillons d'eau sur la lignée cellulaire de branchies de poisson »

Pour les boues :

ANALYSE DES BOUES

Nom Commission	Représentant Téléphone – Courriel	Partenaire	Fréquence
AFNOR « caractérisation des boues »			
P16P « Caractérisation des boues »	M.P. Strub	INERIS	semestrielle
GT1 Méthodes analyses	MP. Strub	INERIS	semestrielle
AFNOR ENV « coordination des méthodes environnementales »			
ENV Coordination de méthodes de mesures environnementales	MP. Strub	INERIS	quadrimestrielle
* CEN TC444 « analyse des matrices solides environnementales : sols, déchets et bio-déchets traités »			
CEN/TC444 plénière	MP. Strub	INERIS	semestrielle
CEN/TC444 / WG2 - micropolluants organiques et spéciaux	MP. Strub	INERIS	
CEN/TC444 / WG6 - sujets transverses	MP. Strub	INERIS	
CEN TC 308 « Boues »			
CEN plénière Boues TC 308	MP. Strub	INERIS	annuelle
WG4 « méthodes d'analyse »	MP. Strub	INERIS	mis en dormance
WG2 « Boues – Guides de bonnes pratiques »	B. Schnuriger 03 44 55 67 92 benoit.schnuriger@ineris.fr	INERIS	semestrielle
ISO TC 275« Boues »			
ISO plénière Boues TC 275	MP. Strub	INERIS	annuelle
WG2 « méthodes d'analyse »	MP. Strub	INERIS	

en gras : **présidences**

• : en remplacement du CEN/TC400

En italiques : *créations*

En gris : participation épisodique + suivi documentaire.

Les projets suivis (ou portés, en caractères gras) dans le cadre de ces travaux, (programme prévisionnel 2016-2018 à la date de rédaction de cette fiche) sont répertoriés ci-après. Ils comportent en tant que de besoin la revue des documents aux différents stades d'élaboration, ainsi que la participation aux CIL de validation quand la méthode présente un intérêt pour la surveillance des milieux aquatiques et les partenaires AQUAREF disposent des matériels nécessaires, au titre de l'action H2.

- **Transfert à l'ISO des normes de caractérisation élaborées par le CEN selon la proposition du livrable « Méthodes officielles pour l'analyse des boues d'épuration - Rapport AQUAREF 2012 - 69 p. » (INERIS - DRC-13-136908-10525A),**
- Révision de NF EN 16175-2 Boues, biodéchets traités et sol - Dosage du mercure - Partie 2 : vapeur froide spectrométrie de fluorescence atomique (CV-AFS)
- Révision de NF EN 16170 Boues, biodéchets traités et sol— Détermination des éléments à l'aide de plasma à couplage inductif spectrométrie d'émission optique (ICP-OES)
- Révision de NF EN 16175-1 Boues, biodéchets traités et sol - Dosage du mercure - Partie 2 : vapeur froide spectrométrie atomique (CV-AAS)
- Révision de NF EN 16171 Boues, biodéchets traités et sol— Détermination des éléments à l'aide de plasma à couplage inductif spectrométrie de masse (ICP-MS)
- **Révision de XP CEN/TS 16181 « Boues, bio-déchets traités et sols - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie en phase gazeuse et chromatographie liquide à haute performance »**
- Révision de NF EN 16167 « Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des biphenyles polychlorés (PCB) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) et chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (CG-DCE) »
- Révision de XP CEN/TS 16190 « Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des dioxines et furanes et polychlorobiphenyles de type dioxine par chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse à haute résolution (CG-SMHR) »

La CEN/TC400, dont l'activité devrait cesser définitivement courant 2016, sera remplacée à partir de fin 2015 par une commission dont l'installation a été entérinée par le Bureau Technique du CEN, et qui rassemblera les activités d'analyses de laboratoire pour toutes les matrices environnementales, selon un mode transversal. Cette commission est identifiée actuellement sous le sigle « TC 500 » en attendant son identifiant officiel.

A brève échéance, cette commission remplacera le CEN/TC400 et ses WGs, mais aussi le CEN/TC308/WG4, et à moyenne échéance (5 à 8 ans), le CEN/TC230/WG1.

L'action H1 est prévisible par rapport à l'activité des exercices antérieurs, aux jalons des projets en cours et aux règles des instances de normalisation. Elle produit des notes de briefing et débriefing consolidées dans un document de synthèse annuel au titre de l'action H0.

L'action H2 en revanche n'est pas complètement prévisible, car il s'agit de s'assurer de la robustesse et de la validation appropriée des protocoles publiés en organisant la CIL nécessaire, quand AQUAREF porte le projet normatif concerné, ou en participant à celle organisée par le chef du projet concerné quand ce dernier n'appartient pas à AQUAREF.

Si la planification des travaux de type H2 correspondant à des CILs organisées dans le cadre de projets portés par AQUAREF est aisée, celle découlant de projets externes dépend d'un avancement qu'AQUAREF ne maîtrise pas. Pour la période 2016-2018, les CILs suivantes sont attendues, avec le niveau d'implication des partenaires AQUAREF suivant :

-NF EN) ISO 7027 Turbidité – partie 1 : méthodes quantitatives ; partie 2 : méthodes semi-quantitatives (dont disque de Secchi)	Partie 1 : 2016 Partie 2 : 2018	Participation
Pr ISO 19340 "Perchlorate dissous par chromatographie ionique"	2017	Participation
Pr ISO 20595 « Dosage de composés hautement volatiles organiques sélectionnés - Méthode par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse par la technique de l'espace de tête statique (ET-GC-MS) »	2018	Participation
Pr ISO 21676 « analyse des résidus médicamenteux dans les eaux »	2017 ?	Participation
Pr ISO 21675 « dosage de composés perfluorés »	2018 ?	Participation
Pr ISO 21677 « dosage des retardateurs de flamme poly bromés : HBCDD »	2018 ?	Participation
Révision de la norme NF T90-124 "Indice hydrocarbures volatils IHV"	2016	Organisation

Quand la CIL de validation est portée par AQUAREF, un rapport est rédigé au titre de H2. Quand AQUAREF participe à des CILs de validation portées par d'autres chefs de projets, la participation à la CIL et les commentaires éventuels qui peuvent en résulter sont mentionnés dans les notes rédigées au titre de H1, et dans la synthèse annuelle H0, mais ne font pas l'objet de la rédaction d'un document spécifique au titre de H2.

4. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1/T2/T3/T4) et année
Animation de la commission T90A (coordination des T9X) : document de synthèse (H0)	INERIS	novice	T2 2017, T2 2018, T2 2019
Animation de la commission technique T91B : notes de briefing et débriefing (H1, H2)	BRGM	avertis	Au fil de l'eau
Animation de la commission technique T91G : notes de briefing et débriefing (H1)	Ifremer	avertis	Au fil de l'eau
Animation des commissions techniques T91E et T91M : notes de briefing et débriefing (H1, H2)	INERIS	avertis	Au fil de l'eau
Révision de la norme NF T90-124 et organisation de la CIL de validation (H2)	INERIS	avertis	T1 2017
Animation de la commission technique T90L : notes de briefing et débriefing (H1)	LNE	avertis	Au fil de l'eau
Suivi des travaux de la commission de normalisation T90Q : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	Au fil de l'eau
Portage d'un projet Normatif « Guide pour la conduite d'études de stabilité de paramètres physicochimiques dans les matrices eaux et sédiments »	LNE	avertis	T4 2017, T4 2018
Animation de la commission technique T95E [#] : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	Au fil de l'eau
Animation de la commission technique Afnor ENV : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	
Suivi des travaux de la commission de normalisation P16P : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	
Suivi de la commission technique P16D : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	
Suivi des travaux de la commission de normalisation CEN/TC230 « qualité de l'eau » et de son WG1 « analyse physico-chimique » : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	T2 2016, T2 2017, T2 2018
Suivi des travaux du WG4 « mesure en ligne » de la commission de normalisation CEN/TC230 : notes de briefing et débriefing (H1)	LNE	avertis	T2 2016, T2 2017, T2 2018
Suivi des travaux de la commission de normalisation CEN/TC308 « qualité de l'eau » et de son WG2 « guides de bonnes pratiques » : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	T2 2016, T2 2017, T2 2018
Suivi des travaux de la commission de normalisation CEN/TC400 (500) « méthodes transversales » : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	T1 2016
Suivi des travaux de la commission de normalisation ISO/TC147 « qualité de l'eau » et de son SC1 « terminologie » : notes de briefing et débriefing (H1) - Suivi des travaux du SC2 « analyse physico-chimique » de la commission de normalisation ISO/TC147 « qualité de l'eau », WGs WGs 48, 59, 65, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 77 : notes de briefing et débriefing (H1, H2) - Suivi des travaux du SC2 « analyse physico-chimique » de la commission de normalisation ISO/TC147 « qualité de l'eau », 33, 38, 52, 66, 68, 69, 70 : notes de briefing et débriefing (H1, H2) - Suivi des travaux du SC5 « méthodes biologiques »[#] de la commission de normalisation ISO/TC147 « qualité de l'eau » : notes de briefing et débriefing (H1) - Suivi des travaux du SC6 « échantillonnage » de la commission de normalisation ISO/TC147 « qualité de l'eau » : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	T4 2016, T3 2018
			T4 2016, T3 2018
	BRGM	avertis	T4 2016, T3 2018
			T4 2016, T3 2018
	INERIS	avertis	T4 2016, T3 2018
Suivi des travaux de la commission de normalisation ISO/TC275 « caractérisation des boues » et de son WG2 « analyse physico-chimique » : notes de briefing et débriefing (H1)	INERIS	avertis	T4 2016, T4 2017, T4 2018

* novice, avertis, expert # : sujets relatifs aux milieux aquatiques uniquement

5. Perspectives de l'action (le cas échéant)

L'action H est une action pérenne dont le succès ne peut être au rendez-vous que si elle s'inscrit dans la durée.

6. Gouvernance

Il est nécessaire de rappeler ici que la finalisation des projets auxquels les experts d'AQUAREF apportent leur participation est gérée par les organismes nationaux ou supranationaux de normalisation en respect d'un processus sur lequel AQUAREF n'a pas d'influence organisationnelle.

Les notes de briefing et débriefing sont adressées à des correspondants identifiés à l'AFB, la DEB, la DGPR, dans les AE et au BEMA. De cette façon, les utilisateurs prescripteurs sont impliqués en temps réels dans le pilotage et le déroulé des projets.

Un rapport annuel résume les points saillants relatifs à chaque projet, et apporte des compléments didactiques sur le processus en général. Sur simple sollicitation, une session d'information méthodologique peut être organisée, soit par le pilote du thème, soit par la responsable ministérielle aux normes.

Les utilisateurs finaux des documents normatifs produits sont impliqués dans les travaux par leur participation volontaire aux réunions et par la diffusion par le truchement de l'Afnor de toutes les versions successives des projets pour commentaire. Ils ont également accès au document de synthèse annuel.

THÈME I

Normalisation – Hydrobiologie

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Normalisation – Méthodes hydrobiologiques		
Action n°	Aquaref Thème I		
Programmation AFB			
Contexte de l'action	Les experts français des établissements du consortium Aquaref participent depuis 2008 à l'élaboration des textes normatifs français et européens concernant les méthodes développées pour la surveillance hydrobiologique des masses d'eau littorales et continentales. Il s'agit ici de poursuivre et de coordonner ces actions pour les méthodes, selon la stratégie de normalisation française qui a été définie dans ce domaine. L'objectif est de disposer à terme de l'ensemble des documents méthodologiques de référence nécessaire à la mise en œuvre des méthodes de surveillance dans les réseaux de mesure DCE, en cohérence avec les autres actions qui sont menées dans les domaines connexes des programmes DCE.		
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	Coordonner la mise en chantier et l'évolution des référentiels normatifs nationaux nécessaire à la mise en œuvre des programmes de surveillance DCE, élaborer les projets de normes à partir des protocoles développés par les équipes de recherche, assurer une veille et une participation active à l'élaboration des normes européennes.		
Résumé de l'action au titre de la convention 2016-2018	Le thème se compose de deux types d'actions :		
	<u>I1 – Normalisation des protocoles de mesure hydrobiologique</u>		
	I1.1 - Fin du projet de norme XP échantillonnage phytoplancton (Irstea , 2016)		
	I1.2 - Fin de la révision de la norme IBMR (Irstea , 2016)		
	I1.3 – Révision et homologation de la norme XP T90-701 Poissons estuaires, et GA associé (Irstea , 2017-2018)		
	I1.4 – Participation à la révision de la norme EN 14407 (Diatomées benthiques), workshops (Irstea , 2017-2018)		
	<u>I2 – Pilotage de la stratégie de normalisation française, participation aux travaux européens</u>		
	I2.1a - Mise en œuvre de la stratégie de normalisation française (pilotage de la CN T95F) (Irstea , 2016-2018)		
	I2.1b - Participation à la T95 F et consultation des experts en interne (IFREMER , 2016-2018)		
	I2.2 - CEN - suivi des projets (avis des experts français, participation aux workshops et meetings) (Irstea , IFREMER, 2016-2018)		
Acteurs	Responsable Opérateur :		
	IFREMER O. Courtois, S. Guesdon		
	Irstea C. Chauvin (pilote de thème)		
	Autres correspondants Opérateur :		
	IFREMER B. Andral		
	Irstea C. Laplace-Treytore, M. Lepage		
	Correspondant AFB P. Dupont		
	Autres correspondants AFB M. Akopian, J-M. Baudoin, G. Melun		
	Autre(s) correspondant(s) DEB : M. Le Loarer-Guezbar		
Actions liées	Actions liées dans le programme Aquaref ou dans une convention avec un opérateur.		
Date de rédaction de la fiche	19 décembre 2017	Version	VF

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Périmètre et finalité de l'action

Les différentes tâches proposées dans le thème I répondent à plusieurs besoins :

- Assurer la cohérence entre la normalisation et le développement des méthodes, les référentiels techniques, la bancarisation, les politiques de qualité des données.
- Assurer la conformité des actions de normalisation aux besoins de la surveillance et aux référentiels européens.

Ainsi, les principales actions viseront à :

- Elaborer et diffuser des référentiels techniques de méthodes de surveillance hydrobiologique (normes, guides d'application). Il s'agira de normaliser les protocoles d'acquisition de données au fur et à mesure de leur validation et de participer activement à l'élaboration des projets de normes EN et aux meetings du CEN dans tous les thèmes de la surveillance en hydrobiologie. L'objectif est de disposer à moyen terme de l'ensemble des documents normatifs nécessaires, pour tous les éléments biologiques et toutes les catégories d'eau concernés par les prescriptions DCE.
- Piloter les actions de normalisation en rapport avec les besoins de la surveillance. Il s'agira d'articuler l'élaboration des documents normatifs nationaux encadrant les mesures hydrobiologiques réalisées dans les programmes de surveillance avec le développement méthodologique de ces protocoles par les scientifiques.

Ces référentiels sont nécessaires pour assurer la robustesse des protocoles techniques prescrits dans la surveillance, et constituent les bases harmonisées des politiques « qualités » mises en place (accréditation, agrément). Ils sont des outils essentiels pour les gestionnaires des réseaux de surveillance (Agence de l'eau), dans le cadre des prescriptions techniques aux prestataires opérateurs des mesures et de la bancarisation des données, ainsi que pour l'élaboration des prescriptions réglementaires (Arrêté ministériel « surveillance », en particulier).

I1 – Normalisation des protocoles de mesure hydrobiologique

Les actions de porter à normalisation ou d'élaboration des guides d'application sont programmées en fonction de l'avancement et de la stabilisation des protocoles techniques. Dans un premier temps, proposées en normes expérimentales (séries XP), les normes portant sur de nouvelles méthodes seront révisées dans l'optique de leur homologation (série NF), après un premier retour d'expérience de 3 à 4 ans. Le statut de ces documents pourra être défini ou redéfini en fonction de la pertinence technique au regard de leur objectif, ou selon le contexte normatif et réglementaire européen.

I1.1 - Fin du projet de norme XP échantillonnage phytoplancton (Irstea, 2016)

Le compartiment biologique phytoplancton nécessite un échantillonnage en cours d'eau et en plan d'eau, tel qu'il est désormais prescrit dans les règlements encadrant les programmes de surveillance. Des protocoles standardisés, conçus par Irstea et Ifremer, existent pour définir les méthodes d'échantillonnage et de prélèvement, mais aucun document normatif technique ne précise ces techniques à l'échelle nationale (seul le cadre normatif européen est actuellement disponible, pour certaines phases de la chaîne d'acquisition de données). Cette action se propose de porter le développement, au sein d'un groupe de travail dédié de la Commission de normalisation T95F de l'AFNOR, d'un projet de norme expérimentale sur l'échantillonnage du phytoplancton en eaux intérieures et littorales. Ce travail, piloté par Irstea, sera réalisé en collaboration avec Ifremer afin de disposer d'un document normatif unique. Cette action comportera des réunions d'échanges, initiées les années antérieures, complétées par des partages de documents et d'avis pour finaliser un document complet soumis à la commission AFNOR durant le premier semestre 2016.

11.2 - Fin de la révision de la norme IBMR (Irstea, 2016)

Le travail de révision de la norme « IBMR » T90-395 démarré en 2015 se poursuivra en 2016 au sein du GT ad hoc piloté par Irstea. L'objectif est de mettre en conformité ce référentiel avec l'évolution qui a été initié pour les autres normes « hydrobiologie », en axant le texte sur le protocole technique d'acquisition des données. La mise à jour de ce protocole à la lumière du retour d'expérience des 10 années d'application dans les réseaux DCE sera également intégrée aux travaux du GT ad hoc. Il s'agira bien de consolider le protocole d'acquisition de données au sens DCE, et non de réviser l'indicateur, qui, à l'instar de l'ensemble des indicateurs développés pour les besoins de l'évaluation DCE, est géré dans d'autres systèmes référentiels.

11.3 – Révision et homologation de la norme XP T90-701 et GA associé (Irstea, 2017-2018)

La norme concernant l'échantillonnage au chalut à perche des communautés de poissons dans les estuaires a été élaborée sur la base des protocoles développés par l'équipe FEE-EABX d'Irstea. Cette norme, publiée en 2011 en XP (norme expérimentale), arrive à son échéance en 2016. Exploitant le retour d'expérience de ces 5 années d'application dans les réseaux de surveillance DCE par plusieurs opérateurs, ce référentiel doit maintenant être révisé en vue de son homologation (passage en statut NF).

Cette action consiste donc à animer le groupe d'expert qui sera créé par la Commission de normalisation T95F pour les travaux sur ce texte, en apportant les éléments de retour d'expérience de l'application par les équipes d'Irstea et par les autres opérateurs impliqués dans la surveillance. Le texte sera mis à jour, en lien avec la CN T95F, pour aboutir à une norme NF, qui pourra être publiée par l'AFNOR fin 2017 ou début 2018.

Il est également prévu dans cette action de mettre à jour le projet de guide d'application, qui avait été initié en 2013 et n'avait pas encore été publié. La révision de la norme sera donc accompagnée de celle du projet de GA, pour viser la publication des deux documents dans un même délai.

11.4 – Révision de la norme EN 14407 - Guide pour l'identification et le dénombrement des échantillons de diatomées benthiques de rivières et de lac (Irstea, 2017-2018)

Un projet de définition des incertitudes applicables à la méthode d'échantillonnage et de traitement en laboratoire de prélèvement de diatomées benthiques en cours d'eau et en plans d'eau a été lancé sous l'égide du CEN TC230/WG2. En 2015, un workshop a été tenu à Londres sur le sujet des incertitudes pour cette méthode (pilotage : Martyn Kelly, UK).

Le CEN TC230/WG2 prévoit la révision de la norme EN 14407 pour, entre autres modifications, intégrer la prise en compte des incertitudes dans le protocole.

Afin de valoriser les travaux menés en France par l'équipe CARMA-EABX d'Irstea dans le domaine des incertitudes associées aux méthodes d'évaluation « diatomées » (programme Aquaref 2013-2017) et de défendre la position française sur ces sujets, la participation des scientifiques d'Irstea aux travaux de révision de la EN 14407 est proposée dans cette action. Il s'agira de suivre les travaux du WG du CEN et de participer aux workshops qui seront organisés en 2017. En fonction des enjeux qui seront identifiés, la position française sera portée lors des meetings d'orientation et de validation par le CEN TC230/WG23 par les experts d'Irstea. Ces experts, en concertation avec les membres de la CN T95F, assureront l'analyse des documents de travail transmis à l'AFNOR et fourniront à la CN T95F les avis nécessaires à la réponse de l'AFNOR aux différentes étapes de consultation des NSB (procédures d'élaboration des normes européennes).

12 – Pilotage de la stratégie de normalisation française, participation aux travaux européens

En collaboration avec la DEB et l'AFB, cette action permet d'assurer la cohérence du programme de normalisation des protocoles mis au point par les équipes scientifiques, la coordination de l'ensemble de ces actions entre les différents partenaires, et la participation aux travaux de normalisation européenne dans le cadre des TG du TC230-GW2 (qualité de l'eau – Méthodes biologiques).

12.1a - Mise en œuvre de la stratégie de normalisation française (pilotage de la CN T95F) (Irstea, 2016-2018)

- Mise en œuvre et suivi de la stratégie de normalisation définie au niveau national (type de documents, concept de norme), relation avec les laboratoires concevant les méthodes,
- Présidence de la CN T95F, planification et suivi des programmes de normalisation.
- Participation des experts thématiques aux réunions de la CN T95F, eaux continentales et eaux littorales.
- Mise en cohérence des programmes de normalisation nationale avec les programmes européens (CEN, application de l'intercalibration le cas échéant).
- Mise à disposition et mise à jour de l'état d'avancement et du calendrier prévisionnel des travaux de normalisation de la CN T95F.

12.1b - Participation au T95 F et consultation d'experts en interne (IFREMER, 2016-2018)

Le Responsable Opérateur Ifremer de cette action, présent aux commissions AFNOR T95F, fait le lien entre les demandes de travaux de l'AFNOR (consultation des projets de normes pour « *lecture critique* ») et les scientifiques (experts) capables d'apporter des commentaires et autres remarques et/ou améliorations à ces mêmes projets de normes. Ce travail a pour objectif de disposer de l'ensemble des documents normatifs nécessaires, pour tous les éléments biologiques et toutes les eaux marines concernées par les prescriptions de la DCE.

12.2 - CEN - suivi des projets (avis des experts français, participation aux workshops et meetings) (Irstea, Ifremer, 2016-2018)

Suivi des travaux du TC 230/WG2, participation aux meetings des WG2x du CEN TC 230 et aux workshops de projets le cas échéant.

Irstea assure une participation à l'ensemble des meetings du WG2. Irstea et Ifremer assurent une participation des experts en fonction des projets en cours pour chaque WG.

Valorisation et transfert

Production de normes, lien avec les chantiers nationaux (arrêtés Surveillance, Evaluation et Agrément des laboratoires, accréditations, formation des opérateurs, etc.).

2. Travaux antérieurs

Au cours du programme trisannuel précédent (2013-2015), différents travaux ont été réalisés :

- La révision de la norme homologuée « Détermination de l'indice biologique Diatomique ».
- La rédaction de guides d'applications pour l'échantillonnage des macrophytes en plans d'eau
- Le pilotage et le suivi de la stratégie de normalisation nationale et la participation aux travaux de normalisation européen.

3. Jalons, étapes et calendrier

Action en continu (3 réunions par an de la CN T95F, 1 meeting annuel du CEN TC230 WG2x, suivi des GT ad hoc et participation aux travaux selon le calendrier de mise en œuvre des chantiers de normalisation).

4. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1/T2/T3/T4) et année
2016			
Compte-rendu des actions de normalisation (production de normes, pilotage de la T95F et participation, suivi des travaux du CEN)	Irstea		T4 2016
2017			
Compte-rendu des actions de normalisation (production de normes, pilotage de la T95F et participation, suivi des travaux du CEN)	Irstea		T4 2017
2018			
Compte-rendu des actions de normalisation (production de normes, pilotage de la T95F et participation, suivi des travaux du CEN)	Irstea		T4 2018

* novice, averti, expert

ÉTUDES DE DEMONSTRATION

SUR DES OUTILS INNOVANTS DANS LE CADRE DU
RESEAU DE SURVEILLANCE PROSPECTIVE

- Surveillance prospective -

*Évaluation de la pertinence des
échantillonneurs intégratifs passifs (EIP)
pour la surveillance des milieux aquatiques*

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Surveillance prospective - évaluation de la pertinence des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour la surveillance des milieux aquatiques
Action n°	AQUAREF RSP-EIP
Programmation AFB	224
Contexte de l'action	Les échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) ont fait l'objet de nombreux travaux de développement et de mises en œuvre locales ces dernières années et sont identifiés dans la directive 2013/39/CE (directive fille de la DCE) comme des outils prometteurs pour la surveillance future. Au niveau national, les besoins 1/ de capitaliser sur l'expertise AQUAREF accumulée sur l'applicabilité et l'évaluation des dispositifs EIP existants et 2/ de réaliser une étude pilote ciblée suffisamment étendue (dans l'espace et le temps) pour apprécier les performances effectives des EIP au regard de la surveillance de l'état qualitatif des masses d'eau, ont été identifiés dans le « Recueil des besoins en termes d'appui, de méthodes et d'outils pour la surveillance » établi par l'ONEMA en 2015. De façon concomitante, la révision en cours du dispositif national de surveillance prospective des contaminants chimiques des milieux aquatiques prévoit un volet "outils innovants" visant à améliorer les stratégies de surveillance (note DEB de mai 2016). Dans ce contexte, la construction d'un programme d'actions AQUAREF pour l'évaluation de la pertinence des EIP pour la surveillance des milieux aquatiques a été engagée depuis fin 2013. En effet, suite à une réunion du 22 octobre 2013, rassemblant des représentants de l'ONEMA, d'AQUAREF et de la DEB, il a été décidé de mobiliser le groupe d'expert AQUAREF sur les EIP pour démontrer l'intérêt des échantillonneurs intégratifs passifs EIP dans le cadre de l'application de la Directive cadre sur l'eau (DCE) pour la surveillance des eaux. La démarche globale suivante, en trois étapes, a été proposée : - Démontrer la possibilité et l'intérêt du recours aux EIP par rapport à la surveillance réglementaire actuelle ; - Evaluer la faisabilité de cette mise en œuvre ; - Définir les conditions de mise en œuvre d'une surveillance par les EIP. Sur la période 2014-2019, la stratégie suivie par le groupe AQUAREF EIP est la suivante : 1- Rédaction d'une note de position du groupe AQUAREF sur la question de l'utilisation des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour le prochain cycle de surveillance (2015-2021) ; 2- Production d'un cahier des charges (2015-2017) pour un exercice de démonstration in situ ; 3- Réalisation de l'exercice de démonstration in situ pour évaluer la faisabilité de la mise en œuvre des EIP dans le cadre de la surveillance (2017-2018) ; 4- Définition des conditions de mise en œuvre des EIP dans le cadre de la surveillance (2019). Cette action s'adresse aux responsables DEB et ONEMA et aux décideurs des agences et offices de l'eau, en charge de la négociation au niveau européen des dispositifs et des stratégies pour la future surveillance en vue de la révision de la Directive Cadre Eau en 2019 et de la mise en œuvre au niveau national. Pour préparer au mieux cette révision, un travail est nécessaire au niveau des Etats Membres pour apporter à l'Europe des recommandations opérationnelles pour une évolution des actuelles stratégies de surveillance, supportée par des actions de démonstration sur le terrain.
Objectifs de	Les objectifs visés dans cette fiche action ont été muris courant 2015 et 2016 lors

l'action au titre de la convention 2016-2018	de réunions entre experts AQUAREF et/ou avec certains acteurs de la surveillance. Ces objectifs sont les suivants : - Evaluer in situ et démontrer l'intérêt de déployer des EIP pour la surveillance dans les milieux aquatiques de substances réglementées (parmi les substances de l'état chimique, de l'état écologique et les SPAS [Substances Pertinentes A Surveiller] dont certaines sont incluses dans la Watch List) (action A1) ; - Mettre en œuvre in situ des EIP pour révéler la présence dans les milieux aquatiques de substances émergentes (parmi les substances émanant du groupe CEP priorisation) (action A2) ; - Organiser les principes d'une surveillance EIP de la qualité chimique des masses d'eau notamment en formant les acteurs de la surveillance aux EIP classiques (action B). A noter que l'action A2 sur les substances émergentes sera liée à la fiche ONEMA pilotée par l'INERIS sur la surveillance prospective. Son contenu et son organisation seront précisés courant 2017, ainsi que le budget associé. Nous proposons ici des premières pistes pour répondre aux objectifs liés à cette action. A noter que l'évaluation de l'intérêt des EIP pour accompagner la surveillance dans le biote est maintenant traitée dans une fiche ONEMA hors AQUAREF intitulée « Approche graduée pour la surveillance dans le biote : Campagnes in situ pour démontrer l'applicabilité des supports gammare, poissons et échantillonneurs passifs dans la surveillance des contaminants avec une NQE_{biote} » (pilotage Irstea, participation INERIS). Cette action concerne les substances bioaccumulables et disposant d'une norme de qualité environnementale (NQE) dans le biote. A noter que le support d'échantillonnage EIP sera également testé dans la fiche AQUAREF intitulée « Surveillance prospective - Application de nouveaux outils pour préparer la surveillance future », avec analyse des extraits d'EIP par bioessais in vitro et analyses non ciblées.
Résumé de l'action au titre de la convention 2016-2018	En lien avec les objectifs énoncés, cette action s'articule autour de : - Campagnes in situ à large échelle pour démontrer l'intérêt de proposer de nouvelles stratégies de surveillance en vue de la future révision de la DCE. Par rapport à la surveillance réglementaire actuelle, l'étude vise à démontrer comment, et dans quels domaines d'application, l'usage des EIP permettra une mesure plus représentative (temporelle et spatiale) de la contamination chimique, permettant ainsi de mieux répondre aux différents objectifs de la DCE. - Activités de formation pour préparer le transfert des EIP aux futurs acteurs opérationnels de la surveillance DCE. - Activités de communication pour diffuser le plus largement possible, à la fois aux acteurs opérationnels et à ceux de la recherche, les résultats et synthèse issus de cette fiche action AQUAREF (colloque de restitution, rapport de synthèse final, publications scientifiques, guides et recommandations, fiches méthodes).
Acteurs	Responsable Opérateur BRGM : A. Togola IFREMER : C. Tixier INERIS : V. Dulio (animatrice thème F) Irstea : C. Miège (pilote) N Mazzella (animateur thème G) LNE : S. Lardy-Fontan

Actions liées	Autres correspondants Opérateurs BRGM : C. Berho, J-P. Ghestem		
	IFREMER : J-L Gonzalez, D. Munaron, B. Andral		
	INERIS : F. Botta, F. Lestremau, S. Aït-Aïssa, B. Lepot		
	Irstea : M. Coquery, A. Dabrin, C. Margoum		
	LNE : N. Guigues, P. Fisicaro, E. Alasonati		
	Correspondant AFB	P-F. Staub	
	Autres correspondants AFB	O. Perceval, L. Coudercy	
Thèmes F et G, contrat RDI/RSP (lot E)			
Date de rédaction de la fiche	19 décembre 2017	Version	VF

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Périmètre et finalité de l'action

Comme déjà explicité dans la partie "Contexte" ci-dessus, le groupe d'expert AQUAREF est mobilisé depuis fin 2013, par la DEB et l'ONEMA pour démontrer l'intérêt des EIP pour la surveillance des eaux dans le cadre de la directive cadre eau (DCE).

Cette action s'adresse aux responsables DEB et ONEMA et aux décideurs au niveau des agences de l'eau, en charge de la mise en œuvre au niveau national et de la négociation au niveau européen des dispositifs et des stratégies pour la future surveillance au vu de la révision de la DCE en 2019. Pour préparer au mieux cette révision, un travail préparatoire est nécessaire au niveau des Etats Membres pour apporter à l'Europe des recommandations opérationnelles pour une évolution des actuelles stratégies de surveillance, supportée par des actions de démonstration sur le terrain.

Enfin, cette fiche action implique la participation active des membres d'AQUAREF dans les travaux du réseau européen NORMAN [1].

Description de l'action

A. Exercice de démonstration in situ de la pertinence des EIP pour la surveillance des eaux (Irstea, BRGM, LNE, IFREMER, INERIS)

En lien avec les actions G3B et B (pilotage LNE), un budget est alloué (équivalent à environ 10% du coût des analyses et achat des EIP) pour la mise en œuvre des QA/QC. Ce budget permettra :

- 1/ de disposer de données fiables permettant de répondre aux enjeux de démonstration de cette fiche ;
- 2/ de soutenir les besoins du transfert à large échelle de l'approche EIP (recommandations AQUAREF).

Pour les échantillons d'eau, les laboratoires mettront en œuvre les meilleures techniques disponibles à un coût acceptable permettant d'atteindre les exigences réglementaires en terme de limite de quantification et incertitude de mesures définies dans l'Avis relatif aux limites de quantification des couples « paramètre-matrice » de l'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques (JORF n°0260 du 8 novembre 2015 page 20895 texte n° 39).

Pour les échantillons d'eau, la fraction analysée correspond à la fraction totale pour les substances apolaires, et à la fraction dissoute pour les substances polaires ($\log K_{ow} < 3$, filtration à 0,7 μm) et les métaux (filtration à 0,45 μm). Sur un nombre restreint de sites, les composés organiques apolaires seront également analysés dans la fraction dissoute pour permettre une meilleure interprétation des données en comparaison avec celles obtenues après échantillonnage par membrane silicone.

Action A1 -: Démonstration in situ de la pertinence des EIP « classiques » (POCIS, DGT, membranes silicone) pour une surveillance plus représentative des substances réglementaires (état chimique état écologique et SPAS) (Irstea, BRGM, LNE, IFREMER, INERIS)

L'objectif opérationnel est de permettre, à terme, de remplacer la surveillance chimique avec échantillonnage ponctuel par une surveillance avec EIP « classiques » (révision DCE). Ces campagnes devraient permettre de mettre en évidence la meilleure qualité de l'information obtenue avec EIP, en comparaison d'avec un échantillonnage ponctuel, en permettant notamment d'obtenir une meilleure connaissance de la contamination des masses d'eau (aide à la décision et révision possible des listes des substances de l'état chimique et/ou écologique).

Action A1.1 : Suivi "temporel"

- Descriptif : Il s'agit de comparer les concentrations moyennes et les incertitudes sur la concentration moyenne annuelle obtenues à partir de données d'échantillonnage ponctuel d'eau (24 prélèvements ponctuels annuels, i.e. 1 toutes les 2 semaines) ou de données EIP « classiques » (POCIS, DGT ; 24 prélèvements annuels d'EIP exposés 2 semaines, successivement).

- Sites : L'étude est réalisée sur 3 sites. Nous privilégions ici des sites contaminés (afin d'obtenir des résultats d'analyse dans les eaux supérieurs aux limites de quantification) ; les sites marins ne sont pas considérés pour cette raison.

- Planning : Les campagnes seront réalisées en 2017 (démarrage au printemps) et 2018 sur une durée d'1 an.

- Substances étudiées : Elles sont sélectionnées parmi celles de l'état chimique, de l'état écologique et les SPAS (Substances Pertinentes A Surveiller), dont certaines sont incluses dans la Watch List. Nous privilégions ici les substances pour lesquelles les résultats d'analyse dans les eaux seront significativement supérieurs aux limites de quantification ; les substances hydrophobes ne sont pas considérées pour cette raison. La liste des substances étudiées est donnée en **Annexe 1**.

- Résultats attendus : Si les incertitudes sur la concentration moyenne annuelle obtenues par EIP sont inférieures à celles obtenues par échantillonnage d'eau bimensuel, alors cela montrera que la concentration moyenne annuelle obtenue par EIP représente la contamination des eaux aussi bien, voire mieux, que celle obtenue avec des échantillonnages ponctuels d'eau à faible fréquence (i.e. 4 fois par an dans le pire cas actuellement). Cette étude devrait aussi nous permettre de donner des préconisations sur le nombre de campagnes de mesures avec EIP nécessaires par année de suivi. Enfin, ces campagnes serviront à la définition des recommandations sur les aspects opérationnels et logistique (lien avec le volet formation).

Action A1.2 : Suivi "multi-sites"

- Descriptif : Il s'agit de réaliser une campagne sur 20 situations de contamination contrastées (en termes de pression de contamination) pour l'étude de la distribution spatiale des contaminations, soit par EIP, soit par échantillonnage ponctuel d'eau. Il s'agit de comparer les informations obtenues sur les aspects gradient de concentration, classement de sites et identification des sites contaminés.

- Sites : L'étude est réalisée sur 10 premiers sites en 2017 et elle est complétée par 10 autres sites en 2018. Cela inclut 1 ou 2 sites de référence, peu contaminé(s), ainsi que 3 sites marins et jusqu'à 3 sites dans les DOM. Ces sites seront majoritairement sélectionnés parmi les sites de l'étude prospective Watch List.

- Planning : Les campagnes d'échantillonnage sont réalisées entre automne 2017 et printemps 2018.

- Substances étudiées : Elles sont sélectionnées parmi celles de l'état chimique, de l'état écologique et les SPAS (Substances Pertinentes A Surveiller), dont certaines sont incluses dans la Watch List. Les substances apolaires seront quantifiées dans les membranes silicone sous réserve de la compatibilité des méthodes (extraction et purification) qu'il faudra adapter (interaction entre BRGM, LNE et IFREMER) et sous réserve de la disponibilité des constantes de calibration (en cours d'évaluation pour certaines). L'étude de la chlordécone est limitée aux 3 sites en DOM. La liste des substances étudiées est donnée en **Annexe 1**.

- Résultats attendus : Ces campagnes devraient permettre de mettre en évidence une meilleure qualité et une plus grande quantité d'information (et donc une meilleure connaissance de la contamination des masses d'eau) obtenue avec EIP, plutôt qu'avec un échantillonnage ponctuel, du fait de :

- l'abaissement des limites de quantification pour certaines substances et donc un rapportage plus robuste de l'état des masses d'eau (pour comparaison aux NQE) ;
- l'augmentation des fréquences de détection et une meilleure représentativité temporelle, permettant de faciliter la discrimination de sites et l'identification de sources de contamination.

Enfin, ces campagnes serviront à la définition des recommandations sur les aspects opérationnels et logistique (lien avec le volet formation).

Action A.1.3 – Chlordécone en Martinique (IFREMER, BRGM, Irstea)

Action intégrée au contrat RDI

2018 :

Pour répondre à un besoin spécifique en Martinique sur la question de la chlordécone (PSEE), nous renforçons l'exercice de démonstration pour doser la chlordécone sur 4 sites (au lieu de 2 initialement prévus dans l'exercice) dans la baie du Galion (1 site d'eau douce et 3 sites d'eaux marines) avec des POCIS et des membranes silicones. Les performances de la méthode d'analyse dans les eaux n'étant pas compatible avec la NQE pour eaux marines, l'analyse de la chlordécone dans des échantillons ponctuels d'eau marine sera réalisée dans le cadre d'une action complémentaire pilotée par l'IFREMER (action Aquaref G2b7) avec comparaison de 2 techniques : la SBSE et l'extraction liquide-liquide.

Action A2 – Rapport de synthèse final et publications / valorisations diverses (Irstea, BRGM, LNE, IFREMER)

Action intégrée au contrat RDI

L'interprétation de tous les résultats devra permettre une valorisation et une diffusion des connaissances produites sous forme d'un rapport de synthèse final et de publications scientifiques (2019).

Action A3 : Organiser un colloque de restitution destiné aux opérationnels et aux scientifiques (Irstea, BRGM, LNE, IFREMER)

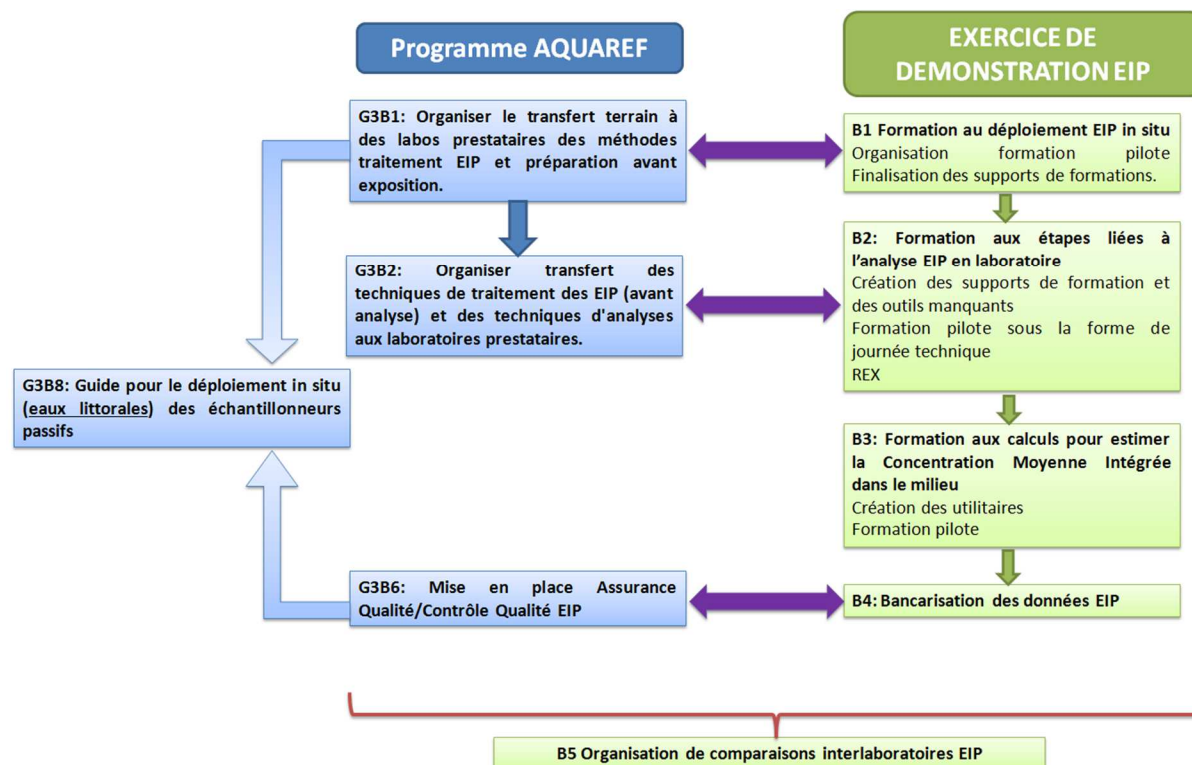
Action intégrée au contrat RDI

Cette action inclut en 2019 1/ La préparation du contenu scientifique du colloque, avec des supports de conférence qui seront mis, à terme, dans un espace dédié sur le site web AQUAREF et 2/ L'aspect organisationnel avec la publicité, la gestion des inscriptions et les aspects logistiques. Les frais de location de salle ne sont pas inclus. Il est convenu d'organiser ce colloque dans une salle du Ministère. Le contenu du colloque pourra aussi inclure des résultats d'actions liées à l'exercice de démonstration EIP, à savoir, sur des résultats les bioessais et sur l'analyse non ciblée.

B. Former les acteurs de la surveillance (LNE, BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea)

Ce volet transfert a été initié en 2016 dans le cadre du thème G (G3b1, G3b2 et G3b3) et s'inscrit désormais de façon plus globale dans la programmation 2017-2019 de la surveillance prospective.

Le schéma ci-dessous illustre l'organisation et les interactions entre les actions réalisées dans le cadre du thème G (programme AQUAREF 2016) et les actions portées dans cette fiche.



Le verrou actuel en termes de transfert et de formation aux techniques d'échantillonnage passif réside dans le fait que la chaîne analytique EIP (comprenant le choix de l'EIP en fonction de la substance, la préparation des EIP, leur pose et collecte, leur analyse et le rendu d'un résultat en ng/g d'EIP et enfin, la conversion du résultat en ng/L) est

plus complexe que la chaîne analytique classique de la surveillance dans des échantillons ponctuels d'eau (comportant la collecte, l'analyse et le rendu d'un résultat en ng/L). En parallèle aux campagnes de démonstration in situ, il est donc nécessaire de construire / organiser les principes d'une surveillance par EIP et de former les acteurs de la surveillance à leur usage. Un programme d'actions a donc été réfléchi et est décrit ci-dessous.

Action B1.1 - Formation au déploiement EIP in situ (IFREMER, BRGM, Irstea, LNE)

2017-2018 : Organisation d'une première formation pilote. Sur la base des retours d'expériences, finalisation des supports de formations.

Action B1.2 - Guide pour le déploiement in situ (eaux littorales) des échantillonneurs passifs (IFREMER)

Action G1d2 (programmation 2015) reprogrammée pour finalisation du guide technique. Cette action sera réalisée en synergie et en cohérence avec l'ensemble du volet "transfert opérationnel des outils EIP".

Dans la perspective de l'application de la DCE, notamment dans les DOM, une série de formations (mise en œuvre des techniques d'échantillonnage par les "acteurs locaux") a été réalisée en 2011 (Martinique, Guadeloupe, façade Atlantique/Manche, façade Méditerranée).

2017 : Supports de formation sur les eaux littorales issus de la programmation 2013 mis au format Aquaref afin de produire un guide générique (IFREMER).

Action B2.1 - Formation aux étapes liées à l'analyse EIP en laboratoire (BRGM, LNE, IFREMER, INERIS, Irstea)

Cette action comprend également l'action G3b1 engagée sur le socle 2015 et reprogrammée dans le cadre de la surveillance prospective. Cette action sera réalisée en synergie et en cohérence avec l'ensemble du volet "transfert opérationnel des outils EIP".

Organiser le transfert à des labos prestataires: des méthodes traitement EIP (DGT, POCIS, Silicone) et préparation avant exposition.

2017 : Création des supports de formation et des outils : fiche méthode etc. manquants.

2018 : Organisation d'une première formation pilote sous la forme de journée technique afin de faciliter la prise en main des EIP par les opérateurs des laboratoires. Sur la base des retours d'expériences, finalisation des supports de formation.

Action B2.2 - Transfert compétences EIP (conditionnement et analyses) - milieu marin (IFREMER, LNE)

Action G3b2 engagée sur le socle 2015 et reprogrammée dans le cadre de la surveillance prospective. Cette action sera réalisée en synergie et en cohérence avec l'ensemble du volet "transfert opérationnel des outils EIP".

Suite aux actions de formation à l'utilisation des EIP (DGT, POCIS, SBSE), il sera réalisé le transfert des techniques de traitement des EIP (avant analyse) et des techniques d'analyses aux laboratoires prestataires.

Cette action vient compléter le transfert des techniques de déploiement et mise en œuvre (opération déjà réalisée pour plus de 200 personnes dans les DOMs et métropole). Il s'agit de la suite au transfert de la partie "opérations terrain" avec notamment :

- Contribuer au transfert opérationnel des techniques innovantes et à leur application dans le cadre de la surveillance DCE.
- Transférer les techniques de traitement des EIP (avant analyse) et les techniques d'analyses.

2017: Finalisation des formations. Synthèse du retour d'expérience des laboratoires formés. Rédaction en collaboration avec les autres organismes d'un support de formation.

Action B3 - Formation aux calculs pour estimer la Concentration Moyenne Intégrée dans le milieu (BRGM, LNE, IFREMER, INERIS, Irstea)

2017 : Constitution des utilitaires : feuilles de calculs. Réflexion à conduire pour la bancarisation et la mise à jour, validation des constantes (Rs, etc.) nécessaires aux calculs, notamment par rapport aux notions de propriétés intellectuelles.

2018 : Organisation d'une première formation sous la forme d'un TD auprès de laboratoires, bureaux d'études, agences de surveillance. Test des utilitaires de calcul afin de consolider les supports et les adapter aux besoins.

S'ajoutent aux formations les aspects bancarisation des données (et métadonnées) ainsi que l'initiation et mise en place des processus QA/QC.

Action B4¹- Bancarisation des données EIP (**LNE, BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea**)

2017-2018 : Réflexion avec les parties prenantes AQUAREF, ONEMA, Ministère, SANDRE, agences et offices de l'eau sur la question des données à bancariser :

- Quelles données bancariser : concentration dans l'outil, concentration estimée dans le milieu, moyennes ou données individuelles,...
- Quelles métadonnées nécessaires à la qualification et l'interprétation des données.
- Cohérence/homogénéité dans les bases de données : eaux de surface, souterraines, marines (QUADRIGE, ADES....).

Action B5¹- Mise en place Assurance Qualité/Contrôle Qualité EIP (**LNE, BRGM, IFREMER, INERIS, Irstea**)

2017-2018 : * Réflexion avec les parties prenantes AQUAREF, ONEMA, AFNOR, COFRAC au sujet de l'organisation du contrôle qualité et assurance qualité indispensable au soutien de la mise en œuvre dans un contexte réglementaire des approches de surveillance basées sur EIP.

- * Réflexion et échanges avec les organisateurs de comparaisons interlaboratoires (BIPEA/AGLAE/QUASIMEME) sur les possibilités d'organisation d'essais d'aptitude pour évaluer les capacités et la maîtrise des laboratoires aux approches EIP.

Action B6- Lignes directrices et recommandations pour les opérationnels (**LNE, BRGM, IFREMER, Irstea**)

Action intégrée au contrat RDI

Il s'agit ici de faire le bilan, le retour sur expérience des campagnes in situ et de proposer un guide de bonnes pratiques à diffuser aux opérationnels (2018-2019).

Action B1.3/B2.3 – Formation DOM (2019) (**LNE, BRGM, IFREMER, Irstea**)

(prévisionnel 2019, non financé à la date de rédaction de cette fiche)

En 2019, une formation générale sera organisée à Paris (adossée au séminaire DOM annuel), et deux formations pour les opérateurs (terrain/analyse) seront organisées sur les sites Caraïbes/Océan Indien.

Action B7 – Organisation du transfert des activités de formation AQUAREF (**LNE, BRGM, IFREMER, Irstea**)

(prévisionnel 2019, non financé à la date de rédaction de cette fiche)

En 2019, il s'agira également d'organiser le transfert des actions de formation dans le domaine de la mise en œuvre des EIP pour la surveillance des milieux aquatiques, vers les formateurs de demain (identifier et former ces différents acteurs).

Action B5– Cahier des charges pour un essai interlaboratoire d'analyse (**INERIS, LNE, BRGM, IFREMER, Irstea**)

(prévisionnel 2019, non financé à la date de rédaction de cette fiche)

En 2019, il est proposé de rédiger le cahier des charges pour organiser un essai interlaboratoire sur l'analyse de polluants dans les EIP. Cet EIL pourrait être organisé en 2020.

Communication

Les communications antérieures à 2016 sur le sujet sont explicitées dans la partie "Travaux antérieurs" ci-après.

Pour diffusion large des connaissances acquises aux acteurs opérationnels de la surveillance et à ceux de la recherche, plusieurs types de supports de communication seront disponibles sur le site AQUAREF, au terme de cette fiche action. Ces différents types de supports sont les suivants :

¹ Les actions B4 et B5 consisteront en une mise à jour du rapport « GHESTEM JP, TOGOLA A, LARDY FONTAN S, GUIGUES N., C TIXIER, A LAROSE, C MIEGE– RECOMMANDATIONS POUR GARANTIR LA QUALITE DES DONNEES DE SURVEILLANCE PAR ECHANTILLONNAGE PASSIF – Rapport AQUAREF 2015 – 20 p ». Ce rapport fait le point sur :

- les contrôles qualité à appliquer pour l'échantillonnage passif ;
- les éléments de traçabilité dans les rapports d'essai ;
- les questions de bancarisation dont les options à choisir pour le format SANDRE.

- Guides / recommandations et fiches méthodes (2018-2019),
- Supports de formation (2017-2018),
- Colloque de restitution avec supports des conférences (début 2019),
- Rapport de synthèse final (début 2019),
- Publications scientifiques (2019).

Valorisation et transfert

Transfert vers DG ENV (WG « Chemicals »), réseau NORMAN et les autres Etats Membres dans le cadre des travaux de révision de la DCE.

Transfert vers D pour les développements analytiques.

Transfert vers H pour normalisation, vers E pour OCIL et bancarisation.

Transfert vers Pôles de compétitivité : Hydréos ; DREAM.

2. Travaux antérieurs

Sur la période 2014-2016, plusieurs travaux clés ont été produits par le groupe Aquaref pour démontrer la pertinence des EIP dans la surveillance DCE. Quelques-uns de ces travaux (liste non exhaustive) concernent :

- La rédaction d'un rapport sur l'*Applicabilité des échantillonneurs passifs dans le cadre de la DCE*. Mazzella N., Coquery M., Miège C., Berho C., Ghestem J-P., Togola A., Gonzalez J-L., Tixier C., Lardy-Fontan S. Rapport AQUAREF /Irstea, 2011, 80 p.
- L'organisation du colloque européen sur les échantillonneurs passifs pour la surveillance des milieux aquatiques, à Irstea Lyon en novembre 2014, conjointement par le réseau NORMAN et AQUAREF. Ce colloque a permis, entre autres, de réunir plusieurs experts européens sur le sujet de l'échantillonnage passif et de faire le point sur la situation actuelle et les verrous scientifiques encore à lever pour évaluer de façon fiable les concentrations en micropolluants dans l'eau moyennée sur la durée d'exposition à partir d'un EIP.
- La rédaction d'une note de position du groupe AQUAREF et d'une publication (avec le réseau européen Norman) sur la question de l'utilisation des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour le prochain cycle de surveillance (2015-2021) :
 - Miège C., Mazzella N., Coquery M., Tixier C., Gonzalez J-L., Ghestem J-L., Togola A., Lardy-Fontan S. Position du groupe AQUAREF sur la question de l'utilisation des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour le prochain cycle de surveillance (2015-2021). Rapport d'étape AQUAREF/Irstea, 2015b, 23 p
 - 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., Vrana B. 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, 2015a, 8, 20-26.
- La production d'un cahier des charges (2015-2016) pour un exercice de démonstration in situ.
- La rédaction d'un rapport sur les *Recommandations pour garantir la qualité des données de surveillance par échantillonnage passif*. Ghestem JP, Togola A, Lardy Fontan S, Guigues N. Rapport AQUAREF 2015 – 20 p
- L'initiation au niveau européen d'échanges pour une démonstration sur la stratégie graduée pour le biote (workshop Norman, sept 2016).

Au vue de l'évolution rapide des nouvelles approches de surveillance, la collaboration des experts d'AQUAREF dans les travaux du réseau NORMAN dans ce domaine est cruciale pour permettre d'avancer de manière plus efficace et harmonisée au niveau européen grâce aux échanges avec les autres partenaires (cf. le programme d'initiatives du réseau NORMAN – Annual Joint Programme of Activities <http://www.norman-network.net/?q=node/135>).

3. Jalons, étapes et calendrier

Les jalons coïncident avec les livrables et rapport d'avancement décrits dans la section suivante

4. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1/T2/T3/T4) et année
2017			
Rapport d'avancement pour l'action A1	Irstea	averti	T4
Rapport d'avancement pour l'action B	LNE	averti	T4
2018			
Rapport d'avancement pour l'action A1	Irstea	averti	T4
Rapport d'avancement pour l'action B	LNE	averti	T4
A1.3 – Rapport de l'action chlrodécone / DOM Livrable du contrat RDI	Ifremer	averti	T4
2019			
A2 - Rapport de synthèse final et publications / valorisations diverses Livrable du contrat RDI	Irstea	averti	T3
A3 - Colloque de restitution avec supports des conférences Livrable du contrat RDI	Irstea	averti	T4
<i>B1.3/B2.3 - Formation DOM (2019) une formation générale à Paris (adossée au séminaire DOM annuel), deux formations opérateur(terrain/analyse) sur site Caraïbes/Océan Indien (prévisionnel 2019, non financé à la date de rédaction de cette fiche)</i>	LNE	Averti	T4
<i>B5 - Cahier des charges pour un essai interlaboratoires d'analyse (2019-2020) (prévisionnel 2019, non financé à la date de rédaction de cette fiche)</i>	INERIS	Averti	T4
B6 - Rapport destiné aux opérationnels, sur les lignes directrices et recommandations pour l'usage des EIP dans la surveillance des eaux Livrable du contrat RDI	LNE	averti	T3
<i>B7 - Organisation du transfert des activités de formation AQUAREF (prévisionnel 2019, non financé à la date de rédaction de cette fiche)</i>	LNE	Averti	T4

* novice, averti, expert

5. Perspectives de l'action

Révision DCE.

6. Gouvernance

A définir en cohérence d'une part avec le cahier de charge de l'étude démonstration, et d'autre part avec les discussions en cours et faisant suite à la réunion de cadrage de mai et juillet 2016.

[1] NORMAN (www.norman-network.net) est actif depuis 2005 comme plateforme d'échange de connaissances sur les substances émergentes et interface entre le monde de la recherche et les politiques environnementales pour l'identification des contaminants émergents d'intérêt prioritaire.

Annexe 1 : Substances étudiées (action A1)

x	étudié
	non étudié

Arrêté surveillance DCE 7 aout 2015 _ annexe II Substances de l'état chimique des eaux de surface

	CODE SANDRE	Substances	Famille analytique	NUMÉRO CAS	EIP	Action A1.1	Action A1.2
1	1101	Alachlore	Pesticide polaire 1	15972-60-8	POCIS	x	x
2	1458	Anthracène	HAP	120-12-7			
3	1107	Atrazine	Pesticide polaire 1	1912-24-9	POCIS	x	x
6	1388	Cadmium et ses composés	Métaux et métalloïdes	7440-43-9	DGT	x	x
8	1464	Chlorfenvinphos	Pesticide apolaire 2	470-90-6	Membrane silicone		x
9	1083	Chlorpyrifos (éthylchlorpyrifos)	Pesticide apolaire 2	2921-88-2	Membrane silicone		x
9 bis	1103	Aldrine	Pesticide apolaire 3	309-00-2	Membrane silicone		x
9 bis	1173	Dieldrine	Pesticide apolaire 3	60-57-1	Membrane silicone		x
9 bis	1181	Endrine	Pesticide apolaire 3	72-20-8	Membrane silicone		x
9 bis	1207	Isodrine	Pesticide apolaire 3	465-73-6	Membrane silicone		x
9 ter	1144	DDD 44'	Pesticide apolaire 3	72-54-8	Membrane silicone		x
9 ter	1146	DDE 44'	Pesticide apolaire 3	72-55-9	Membrane silicone		x
9 ter	1147	DDT 24'	Pesticide apolaire 3	789-02-6	Membrane silicone		x
9 ter	1148	DDT 44'	Pesticide apolaire 3	50-29-3	Membrane silicone		x
13	1177	Diuron	Pesticide polaire 1	330-54-1	POCIS	x	x
14		Endosulfan	Pesticide apolaire 3		Membrane silicone		x
14	1178	Endosulfan alpha	Pesticide apolaire 3	959-98-8	Membrane silicone		x
14	1179	Endosulfan bêta	Pesticide apolaire 3	33213-65-9	Membrane silicone		x
15	1191	Fluoranthène	HAP	206-44-0			
18	1200	Hexachlorocyclohexane alpha	Pesticide apolaire 3	319-84-6	Membrane silicone		x
18	1201	Hexachlorocyclohexane bêta	Pesticide apolaire 3	319-85-7	Membrane silicone		x
18	1202	Hexachlorocyclohexane delta	Pesticide apolaire 3	319-86-8	Membrane silicone		x
18	1203	Hexachlorocyclohexane gamma	Pesticide apolaire 3	58-89-9	Membrane silicone		x
19	1208	Isoproturon	Pesticide polaire 1	34123-59-6	POCIS	x	x
20	1382	Plomb et ses composés	Métaux et métalloïdes	7439-92-1	DGT	x	x
22	1517	Naphtalène	HAP	91-20-3			
23	1386	Nickel et ses composés	Métaux et métalloïdes	7440-02-0	DGT	x	x
24	1958	Nonylphénols (4-nonylphénol)	AKP	84852-15-3			
25	1959	Octylphénols (4-1,1', 3,3'-tétraméthylbutylphénol)	AKP	140-66-9			
26	1888	Pentachlorobenzène	Divers (autres organiques)	608-93-5			
28	1115	Benzo (a) pyrène	HAP	50-32-8			
29	1263	Simazine	Pesticide polaire 1	122-34-9	POCIS	x	x
30	2879	Composés du tributylétain	Organométalliques	36643-28-4	Membrane silicone		x
33	1289	Trifluraline	Pesticides	1582-09-8	Membrane silicone		
34	1172	Dicofol	Pesticides	115-32-2	Membrane silicone		
36	2028	Quinoxifène	Divers (autres organiques)	124495-18-7			
38	1688	Aclonifène	Pesticides apolaire 4	74070-46-5	Membrane silicone		x
39	1119	Bifénox	Pesticides apolaire 4	42576-02-3	Membrane silicone		x
40	1935	Cybutryne	Divers (autres organiques)	28159-98-0			
41	1140	Cyperméthrine	Pesticides apolaire 4	52315-07-8	Membrane silicone		x
42	1170	Dichlorvos	Pesticide apolaire 2	62-73-7	POCIS		x
44	1197	Heptachlore	Pesticide apolaire 2	76-44-8	Membrane silicone		x
44	1749	Heptachlore époxyde endo trans	Pesticide apolaire 2	28044-83-9	Membrane silicone		x
44	1748	Heptachlore époxyde exo cis	Pesticide apolaire 2	1024-57-3	Membrane silicone		x
45	1269	Terbutryne	Pesticide polaire 1	886-50-0	Membrane silicone	x	x

Arrêté surveillance DCE 7 aout 2015 _ annexe II
Polluants spécifiques de l'état écologique des eaux de surface

	SANDRE	Substances	Famille analytique	NUMÉRO CAS	EIP	Action A1.1	Action A1.2
	1105	Aminotriazole	Divers (autres organiques)	61-82-5	POCIS	x	x
	1113	Bentazone	Pesticides	25057-89-0			
	1136	Chlortoluron	Pesticide polaire 1	15545-48-9			
	1141	2, 4D	Pesticides	94-75-7			
	1206	Iprodione	Divers (autres organiques)	36734-19-7	POCIS	x	x
	1209	linuron	Pesticide polaire 1	330-55-2			
	1212	2,4 MCPA	Pesticides	94-74-6			
	1234	Pendiméthaline	Pesticides apolaire 4	40487-42-1			
	1359	Cyprodinil	Pesticide polaire 1	121552-61-2	membrane silicone	x	x
	1369	Arsenic	Métaux et métalloïdes	7440-38-2	DGT spécifique	x	x
	1383	Zinc	Métaux et métalloïdes	7440-66-6	DGT	x	x
	1389	Chrome	Métaux et métalloïdes	7440-47-3	DGT	x	x
	1392	Cuivre	Métaux et métalloïdes	7440-50-8	DGT	x	x
	1474	Chlorprophame	Divers (autres organiques)	107534-96-3	POCIS modifié	x	x
	1506	Glyphosate	glyphosate	1071-83-6			
	1584	Biphényle	Pesticides apolaire 4	92-52-4			
	1667	Oxadiazon	Pesticide polaire 1	19666-30-9			
	1670	Métazachlore	Pesticide polaire 1	67129-08-2	membrane silicone	x	x
	1694	Tebuconazole	Pesticide polaire 1	107534-96-3	POCIS	x	x
	1713	Thiabendazole	Pesticide	148-79-8	membrane silicone	x	x
	1796	Métaldéhyde	Divers (autres organiques)	108-62-3			
	1814	Diflufenicanil	Pesticides apolaire 4	83164-33-4			
	1847	Phosphate de tributyle	Divers (autres organiques)	126-73-8			
	1866	Chlordécone	Pesticide apolaire DOM	143-50-0	membrane silicone	x	x (DOM)
	1877	Imidaclopride	Pesticide polaire 1	138261-41-3			
	1882	Nicosulfuron	Pesticide	111991-09-4			
	1907	AMPA	glyphosate	1066-51-9			
	1951	Azoxystrobine	Pesticide polaire 1	131860-33-8	POCIS	x	x
	5526	Boscalid	Pesticide polaire 1	188425-85-6	POCIS	x	x

Substances Watch list de la DÉCISION D'EXÉCUTION (UE) 2015/495

	Substances	Famille analytique	NUMÉRO CAS	EIP	Action A1.1	Action A1.2
	17-alpha-Ethinylestradiol	Hormone	57-63-6	POCIS		x
	17-bêta-Estradiol	Hormone	50-28-2	POCIS		x
	Estrone	Hormone	53-16-7	POCIS		x
	Diclofénac	Médicament	15307-86-5	POCIS		x
	6-ditert-butyl-4-méthylphénol	Divers (autres organiques)	128-37-0	POCIS	x	x
	4-méthoxycinnamate de 2-éthylhexyle	Divers (autres organiques)	5466-77-3			
	Érythromycine	Médicament	114-07-8			
	Clarithromycine	Médicament	81103-11-9			
	Azithromycine	Médicament	83905-01-5	POCIS	x	x
	Méthiocarbe	Divers (autres organiques)	2032-65-7			
	Imidaclopride	Pesticide polaire 1	105827-78-9			
	Thiaclopride	Divers (autres organiques)	138261-41-3			
	Thiaméthoxame	Divers (autres organiques)	111988-49-9	POCIS	x	x
	Clothianidine	Divers (autres organiques)	153719-23-4			
	Acétamipride	Divers (autres organiques)	210880-92-5			
	Oxadiazon	Pesticide polaire 1	135410-20-7			
			160430-64-8	POCIS	x	x
			19666-30-9			

Les Substances Pertinentes A Surveiller (SPAS) 7 août 2015							
SANDRE	Substances	Famille analytique	NUMÉRO CAS	EIP	Action A1.1	Action A1.2	
7011	1-Hydroxy Ibuprofen	Divers (autres organiques)	53949-53-4				
1141	2,4-D	Divers (autres organiques)	94-75-7				
7136	Acetazolamide	Divers (autres organiques)	59-66-5				
1903	Acétochlore	Pesticide polaire 1	34256-82-1	POCIS	x	x	
5369	Acide fenofibrique	Médicament	42017-89-0				
5978	Acide perfluoro-n-hexanoïque	PFC (PFOA, PFOS)	307-24-4				
5347	Acide perfluoro-octanoïque (PFOA)	PFC (PFOA, PFOS)	335-67-1				
1370	Aluminium	Métaux et métalloïdes	7429-90-5	DGT	x	x	
1105	Aminotriazole	Divers (autres organiques)	61-82-5				
1907	AMPA	glyphosate	1066-51-9	POCIS			x
1376	Antimoine	Métaux et métalloïdes	7440-36-0	DGT	x	x	
1368	Argent	Métaux et métalloïdes	7440-22-4				
1369	Arsenic	Métaux et métalloïdes	7440-38-2	DGT	x	x	
3159	Atrazine 2-hydroxy-desethyl	Triazines et métabolites	19988-24-0				
1109	Atrazine deisopropyl	Pesticide polaire 1	1007-28-9	POCIS	x	x	
1108	Atrazine desethyl	Pesticide polaire 1	6190-65-4	POCIS	x	x	
1396	Baryum	Métaux et métalloïdes	7440-39-3	DGT	x	x	
1113	Bentazone	Divers (autres organiques)	25057-89-0				
1924	Benzylbutylphthalate (BBP)	Phtalates	85-68-7				
1377	Beryllium	Métaux et métalloïdes	7440-41-7	DGT	x	x	
2766	Bisphenol A	Alkylphénols, nonylphénols et bisphé	80-05-7				
7594	Bisphénol S	Divers (autres organiques)	80-09-1				
1125	Bromoxynil	Divers (autres organiques)	1689-84-5				
5296	Carbamazepine	Médicaments	298-46-4	POCIS			x
6725	Carbamazepine epoxide	Divers (autres organiques)	36507-30-9	POCIS			x
1129	Carbendazim	Carbamates	10605-21-7				
6842	Carboxybuprofen	Divers (autres organiques)	15935-54-3				
1465	Chloroacetic acid	Divers (autres organiques)	79-11-8				
1389	Chrome	Métaux et métalloïdes	7440-47-3	DGT	x	x	
1379	Cobalt	Métaux et métalloïdes	7440-48-4	DGT	x	x	
1392	Cuivre	Métaux et métalloïdes	7440-50-8	DGT	x	x	
6733	Cyclophosphamide	Médicaments	50-18-0				
1359	Cyprodinil	Pesticide polaire 1	121552-61-2	POCIS	x	x	
1830	Deisopropyl-desethyl-atrazine	Triazines et métabolites	3397-62-4				
1149	Deltamethrin	Divers (autres organiques)	52918-63-5				
1929	Demetyl diuron (ou 1-(3,4-dichlorophen	Urées et métabolites	3567-62-2				
5372	Diazepam	Médicament	439-14-5	POCIS			x
1480	Dicamba	Organochlorés	1918-00-9				
5349	Diclofenac	Divers (autres organiques)	15307-86-5	POCIS			x
1527	Diethyl phthalate (DEP)	Phtalates	84-66-2				
1814	Diflufenicanil	Pesticides apolaire 4	83164-33-4				x
5325	Diisobutyl phthalate	Phtalates	84-69-5				
1678	Dimethenamide	Pesticide polaire 1	87674-68-8	POCIS	x	x	
1175	Dimethoate	Organophosphorés	60-51-5	POCIS	x	x	
1489	Dimethyl phthalate	Phtalates	0131-11-3				
1462	Di-n-butylphthalate (DBP)	Phtalates	84-74-2				
1494	Epichlorohydrine	Organochlorés	106-89-8				
1744	Epoxiconazole	Pesticide polaire 1	106325-08-0	POCIS	x	x	
5396	Estrone	Hormones stéroïdes et stéroïdes (oest	53-16-7	POCIS			x
1380	Etain	Métaux et métalloïdes	7440-31-5	DGT	x	x	
6644	Ethylparaben	Divers (autres organiques)	120-47-8	POCIS			
1700	Fenpropidine	Divers (autres organiques)	67306-00-7				
1393	Fer	Métaux et métalloïdes	7439-89-6	DGT	x	x	
2023	Flumioxazine	Divers (autres organiques)	103361-09-7				
1675	flurochloridon	Divers (autres organiques)	61213-25-0				
1506	Glyphosate	Glyphosate	1071-83-6	POCIS			x
5350	Ibuprofene	Médicament	15687-27-1				
1877	Imidaclopride	Divers (autres organiques)	138261-41-3				
1206	Iprodione	Divers (autres organiques)	36734-19-7				
1945	Isoxaflutole	Divers (autres organiques)	141112-29-0				
5353	Ketoprofen	Médicament	22071-15-4	POCIS			x
1406	Lenacile	Divers (autres organiques)	96639				
1209	Linuron	Pesticide polaire 1	330-55-2	POCIS	x	x	
1364	Lithium	Métaux et métalloïdes	7439-93-2				

5374	Lorazepam	Médicament	846-49-1	POCIS		x
1210	Malathion	Organophosphorés	121-75-5			
1394	Manganèse	Métaux et métalloïdes	7439-96-5	DGT	x	x
1510	Mercaptodimethur	Carbamates	2032-65-7			
1670	Metazachlore	Pesticide polaire 1	23824618	POCIS	x	x
6755	Metformine	Divers (autres organiques)	657-24-9			
6695	Methylparaben	Divers (autres organiques)	99-76-3	POCIS		
1640	Methylphenol-2	Autres phénols	95-48-7			
1638	Methylphenol-4	Autres phénols	106-44-5			
6854	Metolachlor ESA	Divers (autres organiques)	171118-09-5			
6853	Metolachlor OXA	Divers (autres organiques)	152019-73-3			
1221	Métolachlore	Pesticide polaire 1	51218-45-2	POCIS	x	x
7140	Midazolam	Divers (autres organiques)	59467-70-8			
1395	Molybdène	Métaux et métalloïdes	7439-98-7	DGT	x	x
1882	Nicosulfuron	Urées et métabolites	111991-09-4			
6870	Niflumic acid	Divers (autres organiques)	4394-00-7			
2614	Nitrobenzene	Benzène et dérivés	98-95-3			
5400	Norethindrone	Stéroïdes et stéroïdes (oestrogènes, progestatifs)	68-22-4	POCIS		x
6533	Ofloxacin	Médicament	82419-36-1	POCIS		x
1230	Omethoate	Organophosphorés	-287408			
5375	Oxazepam	Médicament	604-75-1	POCIS		x
5354	Paracetamol	Médicament	103-90-2			
6219	Perchlorate	Autres éléments minéraux	14797-73-0			
6509	Perfluorodecanoic acid (PFDA)	PFC (PFOA, PFOS)	335-76-2			
6830	Perfluorohexanesulfonic acid	PFC (PFOA, PFOS)	355-46-4			
1709	Piperonyl butoxide	Divers (autres organiques)	51-03-6			
1528	Pirimicarbe	Carbamates	23103-98-2	POCIS	x	x
1253	Prochloraz	Pesticide polaire 1	24050372	POCIS	x	x
6693	Propylparaben	Divers (autres organiques)	94-13-3	POCIS		
1414	Propyzamide	Pesticide polaire 1	23950-58-5	POCIS	x	x
1261	pyrimiphos-methyl	Organophosphorés	29232-93-7			
1892	Rimsulfuron	Urées et métabolites	122931-48-0			
1385	Sélénium	Métaux et métalloïdes	7782-49-2	DGT	x	x
6525	Sulfamethazine	Pesticide polaire 1	57-68-1	POCIS	x	x
5356	Sulfamethoxazole	Médicament	723-46-6	POCIS		x
1268	Terbutylazine	Pesticide polaire 1	5915-41-3	POCIS	x	x
2555	Thallium	Métaux et métalloïdes	7440-28-0	DGT	x	x
1373	Titane	Métaux et métalloïdes	7440-32-6	DGT	x	x
1278	Toluene	Benzène et dérivés	108-88-3			
6989	Triclocarban	Divers (autres organiques)	101-20-2			
5430	Triclosan	Divers (autres organiques)	3380-34-5			
1361	Uranium	Métaux et métalloïdes	7440-61-1	DGT	x	x
1384	Vanadium	Métaux et métalloïdes	7440-62-2	DGT	x	x
1383	Zinc	Métaux et métalloïdes	7440-66-6	DGT	x	x

ÉTUDES DE DEMONSTRATION

SUR DES OUTILS INNOVANTS DANS LE CADRE DU
RESEAU DE SURVEILLANCE PROSPECTIVE

- Surveillance prospective –
*Application de nouveaux outils
pour préparer la surveillance future*

Fiche thématique Aquaref 2016-2018 – révision 2018

Titre complet de l'action	Surveillance prospective Application de nouveaux outils pour préparer la surveillance future		
Action n°	Aquaref RSP-outils		
Programmation AFB			
Contexte de l'action	Cette action s'insère dans le contexte du projet national pour la définition d'un réseau de surveillance prospective de la qualité chimique des milieux aquatiques.		
Objectifs de l'action au titre de la convention 2016-2018	Démontrer l'applicabilité et la valeur ajoutée des nouveaux outils (bioessais, échantillonneurs passifs et nouvelles techniques d'analyse chimique à large spectre) en soutien à la surveillance future.		
Acteurs	Responsable Opérateur BRGM A. Togola IFREMER C. Tixier INERIS V. Dulio (pilote d'action) IRSTEA C. Miège LNE S. Lardy-Fontan Autres correspondants Opérateur : BRGM JP. Ghestem, C. Soulier INERIS F. Lestremat, F. Brion, S. Ait Aïssa, B. Lepot IRSTEA C. Margoum, N. Mazzella, M. Masson LNE N. Guigues, J. Cabillic, B. Lalere Correspondant AFB PF. Staub Autres correspondants AFB O. Perceval Autres correspondants DEB : O. Gras, Agences de l'eau		
Actions liées	Surveillance prospective – étude de démonstration EIP (RSP-4) : Fiche AQUAREF RSP-EIP Contrat RDI/RSP (lots A, C et F)		
Date de rédaction de la fiche	19 décembre 2017	Version	VF

Programme détaillé de l'action

1. Cadrage

Périmètre et finalité de l'action

Cette action s'insère dans le contexte du projet national pour la définition d'un réseau de surveillance prospective de la qualité chimique des milieux aquatiques.

La logistique de cette action (campagne de déploiement, résultats analyses chimiques ciblées, sur eau et EIP) est assurée dans l'action Surveillance prospective - évaluation de la pertinence des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour la surveillance des milieux aquatiques.

A - Volet bioessais *in vitro* et *in vivo*

A1 – Application des bioessais dans l'étude de démonstration (INERIS, IRSTEA, BRGM, IFREMER)

Objectifs :

Les méthodes basées sur la mesure de réponse biologique sont fortement préconisées pour être utilisées dans la future surveillance de la qualité chimique des milieux (Wernersson et al. 2015¹). Parmi les outils biologiques existants, les bioessais basés sur les modes d'action spécifiques des polluants présentent un fort intérêt du fait de leur capacité à générer une réponse qui est quantitative et spécifique de familles de substances toxiques (e.g. dioxin-like, hormone-like, etc), offrant ainsi un diagnostic analogue et complémentaire à l'approche analytique.

Dans le cadre de ses travaux en partenariat avec l'AFB, l'INERIS a mis en place des outils bio-analytiques *in vitro* et *in vivo* pour détecter et quantifier (i.e. en équivalents-toxiques ou TEQ) la présence de perturbateurs endocriniens (PE) dans les eaux de surface et les sédiments (Aït-Aïssa *et al.* 2014, 2015²). Parmi les conclusions majeures de ces études, il ressort 1) la nécessité de combiner différents bioessais *in vitro* évaluant différentes cibles des PE, afin de dresser des profils de contaminations qui aideront à la priorisation de sites et à l'identification chimique des polluants responsables des effets majeurs, 2) l'intégration de ces mesures à l'échelle *in vivo*, afin d'augmenter le pouvoir prédictif et donc la pertinence écotoxicologique de la valeur mesurée *in vitro*. En effet, pour une utilisation efficace en gestion des milieux, une des questions majeures actuelles concerne la définition de concentrations seuils (en TEQ *in vitro*) au-delà desquelles un effet est observé à l'échelle de l'organisme.

Par ailleurs, la fonctionnalité du couplage de ces outils bio-analytiques avec les échantillonneurs passifs (EIP) a été démontrée (Tapie 2011³, Creusot 2014⁴). Nous avons également montré que la combinaison de différents EIP adressant des substances polaires et apolaires permettait de dresser des profils de contamination différents *in vitro* (Creusot 2013⁵, Novak 2016⁶).

L'objectif du volet « Bioessais » de la présente fiche est d'appliquer l'approche bio-analytique *in vitro* et *in vivo* mise en place par l'INERIS pour qualifier les différents sites de l'étude de démonstration EIP. Il est attendu que cette action permettra plus spécifiquement :

¹ Wernersson AS, Carere M, et al. (2015) The European technical report on aquatic effect-based monitoring tools under the water framework directive. Environ Sci Europe 27(1), 7.

² Aït-Aïssa S., Brion F., Creusot N., Sanchez W. (2014). Etude prospective 2012 : Apport des outils biologiques (bioessais et biomarqueurs) pour le diagnostic de la contamination des milieux aquatiques Rapport final, INERIS DRC-14-127339-06620.

Aït-Aïssa S., Creusot N., Brion F. (2015). Démarche bio-analytique pour l'identification de polluants émergents dans les milieux aquatiques – Application aux sédiments de l'étude prospective. Rapport final. DRC-15-136859-12228A, Convention INERIS-AFB

³ Tapie N, Dévier MH, Soulier C, Creusot N, Le Menach K, Aït-Aïssa S, Vrana B, Budzinski H (2011) Passive samplers for chemical substance monitoring and associated toxicity assessment in water. Water Science and Technology, 63(10)2418-2426.

⁴ Creusot N, Aït-Aïssa S, Tapie N, Pardon P, Brion F, Sanchez W, Thybaud E, Porcher JM, Budzinski H (2014) Identification of synthetic steroids in river water downstream from pharmaceutical manufacture discharges based on a bioanalytical approach and passive sampling. Environ Sci Technol, 48, 3649–3657

⁵ Creusot N, Tapie N, Piccini B, Balaguer P, Porcher JM, Budzinski H, Aït-Aïssa S (2013) Distribution of steroid- and dioxin-like activities between sediments, POCIS and SPMD in a French river subject to mixed pressures. Environ Sci Poll Res, 20,2784-2794.

⁶ Novak J, Vrana B, Smedes F, Rusina T, Okonski K, Grabic R, Neale PA, Macova M, Escher BI, Aït-Aïssa S, Creusot N, Hilscherova K. Mobile passive sampling as a tool for toxicological profiling. 26th SETAC Europe Meeting 2016, Nantes, May 2016.

- d'asseoir la méthodologie de bioanalyse couplant bioessais et EIP en apportant des informations nouvelles sur 1) la comparaison systématique des différents types d'échantillonnage : ponctuel et EIP pour l'évaluation toxicologique ; 2) les profils de réponse biologique en fonction du type d'EIP (on s'attend à des variations selon le type d'EIP et il s'agira de prendre en compte ces variations dans le diagnostic final) ;
- de qualifier et classer les sites investigués sur la base du diagnostic *in vitro* ; comparaison avec le diagnostic fourni par l'approche analytique ciblant des familles de substances (cf. Fiche démonstration EIP) ;
- d'étudier la relation entre réponses *in vitro* et *in vivo* pour consolider la définition de valeurs seuils en oestrogènes-équivalents *in vitro* (en complément aux travaux menés dans le cadre du projet européen SPI « Estrogen monitoring »).

A terme, cette action aidera à fournir des recommandations pour l'application des tests *in vitro* comme outils de screening pour la surveillance des PE (pour le classement des masses d'eau en complément de l'analyse chimique).

Description :

Il s'agit d'appliquer une batterie de 5 bioessais *in vitro* (cultures cellulaires avec gène rapporteur permettant la détection d'activités œstrogénique, (anti-)androgénique, glucocorticoïde, *dioxin-like* et HAP-*like*) et un bioessai *in vivo* (bioessai EASZY sur embryon de poisson zèbre transgénique permettant une détection spécifique de l'activité œstrogénique dans le cerveau et l'acquisition d'information sur des altérations morphologiques du développement).

L'échantillonnage pour les bioessais sera réalisé conjointement à celui mené pour l'étude de démonstration EIP (logistique « terrain » commune), i.e. au cours de deux campagnes, respectivement à l'automne 2017 (10 sites) et au printemps 2018 (10 sites), soit 20 sites au total.

L'approche bio-analytique sera menée sur 3 types d'échantillons par site : eau brute échantillonnée ponctuellement, EIP de type POCIS (micropolluants polaires) et EIP de type membrane silicone (micropolluants apolaires). Un extrait organique de chaque type d'échantillon sera obtenu et utilisé pour les bioessais.

Résultats attendus :

1/ Profils d'activité biologique de type perturbateurs endocriniens et dioxin-like sur la base d'une batterie de bioessais pour 20 sites en France. Mise en regard de la qualification des sites par les analyses chimiques. Ces informations seront ensuite utilisées pour l'identification de "hot spots" sur lesquels pourront être effectuées ultérieurement des investigations supplémentaires.

2/ Statuer/émettre des recommandations sur le couplage EIP / Bioessais pour la surveillance

3/ Fournir des éléments d'appui à la définition de valeurs seuils pour les activités œstrogéniques sur la base de comparaisons des réponses *in vitro* / *in vivo* (en vue de la future surveillance des masses d'eaux à l'aide d'outils biologiques), en complément aux travaux menés dans le cadre du projet européen SPI « Estrogen monitoring ».

Phasage :

• 2017 :

1) Un travail de mise au point méthodologique pour valider la mesure d'activité biologique dans les extraits de membranes de silicone sera réalisé à l'automne 2017 conjointement entre l'IFREMER et l'INERIS.

2) Réalisation de l'étude sur le terrain sur 10 sites :

- Pose / collecte des EIP et prélèvement des échantillons d'eau (IRSTEA et BRGM) : 2 litres d'eau, 6 POCIS et 2 membranes de silicone seront échantillonnés par site.
- Extraction POCIS (IRSTEA), extraction membranes silicone (IFREMER, à confirmer), extraction eau (INERIS)
- L'INERIS réalisera les premières bio-analyses *in vitro* (eau, POCIS et silicones) et *in vivo* (eau et POCIS)

• 2018 :

1) Réalisation de l'étude sur le terrain sur les autres 10 sites :

- Pose / collecte des EIP et prélèvement des échantillons d'eau (IRSTEA et BRGM) : 2 litres d'eau, 6

POCIS et 2 membranes de silicone seront échantillonnées par site.

- Extraction POCIS (IRSTEA), extraction membranes silicone (IFREMER, à confirmer), extraction eau (INERIS)

2) Réalisation des analyses par les bioessais *in vitro* et *in vivo* (INERIS)

3) Traitement des données (calculs de TEQs, statistiques) et interprétation en termes de classement des sites sur la base des profils d'activité biologique et du danger PE, incluant le volet *in vivo*

4) Croisement des résultats des bioessais avec les résultats de l'analyse chimique ciblée (Substances Prioritaires et Polluants Spécifiques de l'Etat Ecologique DCE et substances de la Watch List) obtenus lors de la campagne de démonstration EIP (action A1.2).

- **2019 :**

Travaux 2019 intégrés dans le contrat RDI

1) Croisement des résultats des bioessais avec résultats de l'analyse non-target screening

2) Rapport final et valorisations diverses (publications, etc.)

A2 - Application in situ de nouveaux outils pour préparer la surveillance future - Application des bioessais en accompagnement de la surveillance chimique des milieux aquatiques RSP #5, en synergie avec l'étude EMNAT 2018

2019-2020 :

Perspectives d'application d'un panel élargi de bioessais sur une sélection des sites du RSP à définir avec les activités du GT National Bioessais (démarrage des travaux du GT prévu pour Septembre 2017).

B - Volet non-target screening (BRGM, INERIS, IRSTEA, LNE)

Objectifs :

- 1) Démontrer la valeur ajoutée de nouvelles techniques d'analyse chimique à large spectre pour aider l'identification de substances (y compris métabolites et produits de transformation) fréquemment présentes mais pas recherchées à ce jour de manière ciblée. Ces substances pourront, en raison de leurs niveaux d'occurrence et/ ou de leurs effets, intégrer les listes de substances candidates pour des travaux de priorisation (i.e. substances à rechercher de manière ciblée dans les prochaines études prospectives). L'acquisition des données par spectrométrie de masse à haute résolution permet en effet de retracer l'information acquise de manière rétrospective pour rechercher des molécules initialement non ciblées/identifiées. Cet objectif est en phase avec la mise en œuvre du nouvel exercice de surveillance prospective sur les polluants émergents.
- 2) A terme, améliorer la surveillance, avec l'implémentation en routine de techniques d'analyse chimique en couplage avec les outils biologiques.

B1 - Appui à la définition de la stratégie Non-Target Screening (NTS) dans le Réseau de Surveillance Prospective (BRGM, INERIS, IRSTEA, IFREMER, LNE)

- **2017 :**

Note stratégique sur les perspectives d'utilisation des techniques NTS dans le cadre d'études prospectives et pour la priorisation des substances émergentes.

B2.1 - Applications des techniques NTS dans le cadre de l'étude de démonstration EIP (BRGM, INERIS, IRSTEA, LNE)

Action intégrée dans le contrat RDI (lot C) à partir de 2018

Description :

Sur les 20 sites de l'étude de démonstration RSP-4 une acquisition des données LC-HRMS (selon les deux méthodes d'analyses identifiées à ce jour (mode positif et négatif) et GC (HRMS ou MS) sera effectuée sur matrice EIP (POCIS) et extrait eau (protocole d'extraction à déterminer) pour couvrir une plus large gamme de composés d'intérêt.

Divers retraitements des acquisitions sont proposés en 2018 et 2019, pour répondre aux différents objectifs identifiés.

Résultats attendus :

1/ comparaison des outils :

- La liste des substances recherchées dans l'exercice EIP activité 4 sera utilisée pour validation de l'approche (comparaison des résultats des analyses ciblées obtenues dans l'activité 4 en termes de fréquences de détection). Sur certaines des molécules détectées, une approche semi-quantitative a posteriori sera entreprise et comparées aux résultats de l'activité 4.

2/ Identification de nouveaux composés d'intérêt :

- Une liste de composés d'intérêt pour les prochaines études prospectives, pourra être identifiée suite à un screening des composés pour lesquels des spectres de référence sont disponibles dans les bases de données de labos d'Aquaref.
- Une liste de substances identifiées en 2018 comme substances d'intérêt au sein du réseau NORMAN (e.g. NORMANews) sera recherchée de manière rétrospective sur les données acquises lors de l'exercice NTS de l'étude démonstration.
- La liste des substances EMNAT 2018, identifiées dans le travail de priorisation CEP 2017, pourra être recherchée sur les sites de l'étude de démonstration afin d'évaluer la présence de ces molécules dans les sites d'intérêts. Les résultats obtenus avec l'analyse HRMS (fréquences de détection) pourront être confrontés avec ceux obtenus lors de l'étude prospective (analyse conventionnelle).
- A plus long terme, sur la base des résultats obtenus avec les techniques de non-target screening sur les 20 sites de l'étude de démonstration, il sera possible d'effectuer un exercice de « pré-priorisation » (préalable à l'exercice de priorisation conventionnel) pour identifier les « pics récurrents » (« fréquence d'apparition » significative sur l'ensemble des sites investigués) sur lesquels il faudra concentrer les efforts pour l'identification des molécules candidates pour des études prospectives ultérieures (action non financée).

3/ Lien avec les approches bioessais :

En fonction des effets écotoxicologiques mis en évidence par les bioessais, la présence de composés spécifiques de ces effets pourra être recherchée dans les échantillons, afin de mieux documenter le lien pression chimique/effet. Ce volet viendra compléter les analyses ciblées réalisées dans l'action « Surveillance prospective - évaluation de la pertinence des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) pour la surveillance des milieux aquatiques ».

Phasage :

2017 : Réalisation des premières campagnes d'échantillonnage (EIP POCIS; eau), extraction en laboratoire (EIP POCIS + échantillons d'eau) et stockage (tous les échantillons, POCIS, et eau) sur 10 sites.

2018-2019 : Réalisation de la suite des campagnes d'échantillonnage et analyse en laboratoire sur les 10 sites supplémentaires de l'étude démonstration : EIP POCIS + échantillons d'eau

- Extraction de tous les échantillons eau et POCIS (BRGM)
- Acquisition des données et retraitement des échantillons selon les démarches suivantes :
 - 1) Analyse qualitative (présence /absence) (étape 1): i.e. recherche des substances pour lesquelles le laboratoire dispose de standards dans ses bases de données (2018)
 - 2) Analyse suspect-screening (étape 2) : recherche d'une vingtaine de substances supplémentaires selon les objectifs de priorisation (priorisation CEP, NormaNEWS...) + recherche d'une vingtaine de molécules 'suspected' (présence/absence, fréquence de détection) selon les retours des analyses ecotox /bioessais (INERIS) + élargissement des recherches à partir des BDD externes (Mass Bank, BDDs constructeur...) (2018 - 2019)

B2.2 - Applications des techniques NTS dans le cadre de l'étude EMNAT 2018 (BRGM, INERIS)

Action intégrée dans le contrat RDI (lot C)

Objectif :

L'objectif est d'acquérir des spectres de masse à haute résolution à partir des échantillons d'eau sur un panel de sites de l'étude EMNAT 2018, en s'appuyant sur la logistique de l'étude. Cela permettra :

- le traitement rétrospectif des données acquises suivant les listes d'intérêt pour la surveillance (CEP, NORMANews etc.
- de pouvoir dresser un bilan spatio-temporel des tendances en termes de présence/ absence, fréquence de détection de composés d'intérêt émergent.
- Proposer un premier retour d'expérience sur l'acquisition de données de screening environnemental large échelle, via l'acquisition de spectres NTS à l'occasion des prélèvements d'échantillons d'eau sur les sites de l'étude EMNA.

Description :

Les 70 sites de l'étude EMNAT métropole et 10 sites eaux de rejet seront étudiées. Sur une partie des sites une seule campagne de mesure sera effectuée, alors que sur d'autres trois campagnes de mesures seront effectuées. Au total 115 échantillons d'eaux milieu naturel + 10 échantillons d'eaux de rejets seront analysés.

Phasage :

2018 - 2019 :

- Echantillons milieux (70 stations/ 115 échantillons)
 - Réalisation des extractions (sur phase solide) et injection des extraits en LC/HRMS (2 modes d'analyses ESI + et ESI-) BRGM sur 115 échantillons (combinaison 70 station/3 campagnes)
 - Réalisation des extractions (liquide/liquide) et Injection des extraits en GC/HRMS ou GC/MS INERIS sur 70 échantillons
Compte-tenu de la plus grande lourdeur des extractions liquide/liquide, les analyses GC seront réalisées sur un moins grand nombre d'échantillon qu'en LC.
- Echantillons eaux rejet et échantillon « milieu » associé (10+10)
 - Réalisation des extractions (sur phase solide) et injection des extraits en LC/HRMS (2 modes d'analyses ESI + et ESI-) INERIS
 - Réalisation des extractions (liquide/liquide) et Injection des extraits en GC/HRMS ou GC/MS (INERIS)

Les extraits des différents échantillons seront aliquotés et échangés entre les deux laboratoires (action sans demande de financement associée).

B3 - Etudes méthodologiques

B3.1 Implémentation du non-target screening - Amélioration de la reconnaissance des composés polaires (INERIS)

(perspective 2019 - action non financée à la date de rédaction de cette fiche)

Description :

La réduction de l'utilisation des composés persistants apolaires par les industriels et leur substitution par des composés de faible poids moléculaire, notamment polaires, entraîne une augmentation de ces derniers dans les eaux de surface.

La méthode analytique actuellement utilisée pour les analyses en Non-Target Screening - NTS (extraction par cartouche HLB puis analyse avec colonne C18) n'est pas adaptée pour l'analyse de ces composés polaires. Ceci entraîne un risque élevé de ne pas détecter leur présence dans les milieux naturels.

Suite aux échanges lors du "1st NORMAN workshop on analysis of problematic compounds" à Rhodes en 2015, NORMAN a organisé fin 2016 un "collaborative trial". A partir des résultats présentés en juin 2017

(ICCE 2017, Oslo) des pistes méthodologiques se dégagent pour l'analyse en NTS des composés polaires, mais aucun protocole n'a encore pas été complètement défini.

Pour cette action, il est proposé de tester une approche méthodologique spécifique aux composés polaires qui sera mise en œuvre dans le cadre d'une campagne sur le terrain sur une dizaine d'échantillons (échantillons de l'étude de démonstration ou EMNAT 2018).

Phasage :

2019 :

- Application opérationnelle d'un protocole spécifique d'analyse des composés polaires sur 10 échantillons d'eaux de surface (échantillons de l'étude de démonstration ou EMNAT 2018).
- Comparaison des résultats de ce protocole avec une approche classique (extraction par SPE off line HLB).

B4 - Etude de faisabilité d'une banque nationale de spectres NTS (BRGM, INERIS, IRSTEA, LNE)

Action intégrée dans le contrat RDI (lot C)

Le principal atout de l'analyse non ciblée est la possibilité de traitements des données, en fonction des objectifs et des besoins, *a posteriori* de l'acquisition. Afin de pouvoir mettre en œuvre ces approches, la mise en place d'un système d'archivage de la donnée et des métadonnées associées est indispensable.

L'action de 2018 a pour objectif de définir les besoins, techniques, de dimensionner l'outil et de faire le lien (complémentarité, apports techniques mutuels, etc...) avec les actions entreprises au niveau européen dans le cadre du consortium NORMAN. Des échanges avec les principaux acteurs pilotant cette action dans le réseau seront organisés.

L'action étude de faisabilité en 2018 permettra de dimensionner techniquement et budgétairement l'action de réalisation de 2019.

Phasage :

2018 : étude de faisabilité et spécifications techniques

Perspectives 2019 : création et maintenance (action à chiffrer en 2018, en fonction des spécifications techniques définie en 2018, non financée à la date de rédaction de la fiche)

C - Banques d'échantillons et spectrothèques

Action intégrée dans le contrat RDI (lot C) à partir de 2018

C1 - Réflexion sur l'organisation des banques d'échantillons (dont spectrothèque) (LNE, BRGM, INERIS)

Description :

Au-delà des aspects techniques, méthodologiques et documentaires, l'exploitabilité d'une banque d'échantillons implique de réfléchir aux questions de propriétés des échantillons et des données associées, questions éthiques, questions d'accessibilité et de promotion. Il est absolument essentiel d'aborder ces aspects dès la conception de la banque d'échantillons car il conditionne la manière dont cette dernière sera organisée.

Cette action se propose d'aborder ces différents points avec les différentes parties prenantes (DEB, AFB, AE, OE). Les éventuelles spécificités liées à une échantillothèque virtuelle seront spécialement considérées.

Résultats attendus :

2017 :

Note de position présentant l'intérêt d'une banque d'échantillons physiques dans le cadre de la surveillance prospective

2018 : Proposition pour l'établissement de Chartes éthiques et de fonctionnement de l'infrastructure Banques d'échantillons environnementaux.

C2 - Banque d'échantillons physiques (LNE, BRGM, Irstea, INERIS)

Description :

Les échantillothèques sont reconnues comme des outils adaptés pour identifier les changements environnementaux sur du long terme et sont un élément clé pour l'évaluation des risques environnementaux. En effet, elles permettent de suivre une évolution dans le temps en analysant des échantillons de différentes périodes, et de réaliser des analyses rétrospectives.

Leur exploitabilité repose sur des processus d'assurance qualité et de métrologie performants et maîtrisés afin d'optimiser les protocoles de stockage mais également la préparation et l'analyse initiale des échantillons, pour garantir à long terme la comparabilité des mesures et d'en tirer des conclusions fiables.

Phasage :

2017 :

Note de position présentant l'intérêt d'une banque d'échantillons physiques dans le cadre de la surveillance prospective (cf C1).

2. Travaux antérieurs

AQUAREF travaille depuis 2008 avec l'ONEMA sur le développement et l'opérationnalité des outils bio-analytiques *in vitro* et *in vivo* pour la caractérisation de l'état de contamination des eaux par les PE. Ces travaux ont démontré l'opérationnalité des outils biologiques et représentent une base solide pour le démarrage des actions proposées.

Pour ce qui concerne les techniques d'analyse basées sur spectrométrie de masse à haute résolution, etc., tous les travaux menés dans le cadre des fiches action F et G, avec la collaboration active des experts d'AQUAREF dans les travaux du réseau NORMAN (cf. le programme d'initiatives du réseau NORMAN – Annual Joint Programme of Activities <http://www.norman-network.net/?q=node/135>), ont permis de suivre l'évolution des nouvelles approches de surveillance et de préparer en amont les actions proposées dans cette action « Nouveaux outils pour la surveillance future ».

3. Résultats prévus pour atteindre les objectifs de l'action

Résultats prévus	Opérateur responsable	Niveau de connaissance requis pour utiliser les résultats *	Date prév. (T1/T2/T3/T4) et année
A. Rapport final sur les résultats de l'application des bioessais dans l'étude de démonstration Livable du contrat RDI (lot F)	INERIS		T4 2019
B.1 Note stratégique sur les perspectives d'utilisation des techniques NTS dans le cadre d'études prospectives et pour la priorisation des substances émergentes	BRGM		T4 2017
B2.1. Rapport d'avancement 2018 - Applications des techniques NTS dans le cadre de l'étude de démonstration EIP Livable du contrat RDI (lot C/action « DEMO »)	BRGM		T1 2019
B2.1 Rapport final 2019 - Applications des techniques NTS dans le cadre de l'étude de démonstration EIP Livable du contrat RDI (lot C/action « DEMO »)	BRGM		T4 2019
B2.2. Rapport décrivant la méthodologie d'acquisition des spectres et retour d'expérience sur la mise en place de l'exercice Livable du contrat RDI (lot C/action « NTS EMNAT »)	BRGM		T2 2019
B4 Etude faisabilité et spécifications techniques pour la réalisation d'une	BRGM		T1 2019

banque nationale de spectres NTS - Rapport de synthèse sur les différents scénarii possibles Livrable du contrat RDI (lot C/action « SPECTROTHERQUE »)			
C1 Note de position pour Copil RSP sur l'intérêt d'une banque d'échantillons physiques dans le cadre des campagnes prospectives	LNE		T4 2017
C1 Propositions pour une Charte éthique et fonctionnement de l'infrastructure banque d'échantillons environnementaux Livrable du contrat RDI (lot C/action « ECHANTILLONOTHEQUE »)	LNE		T1 2019

* novice, avertis, expert

Contacts

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

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

