

Document public

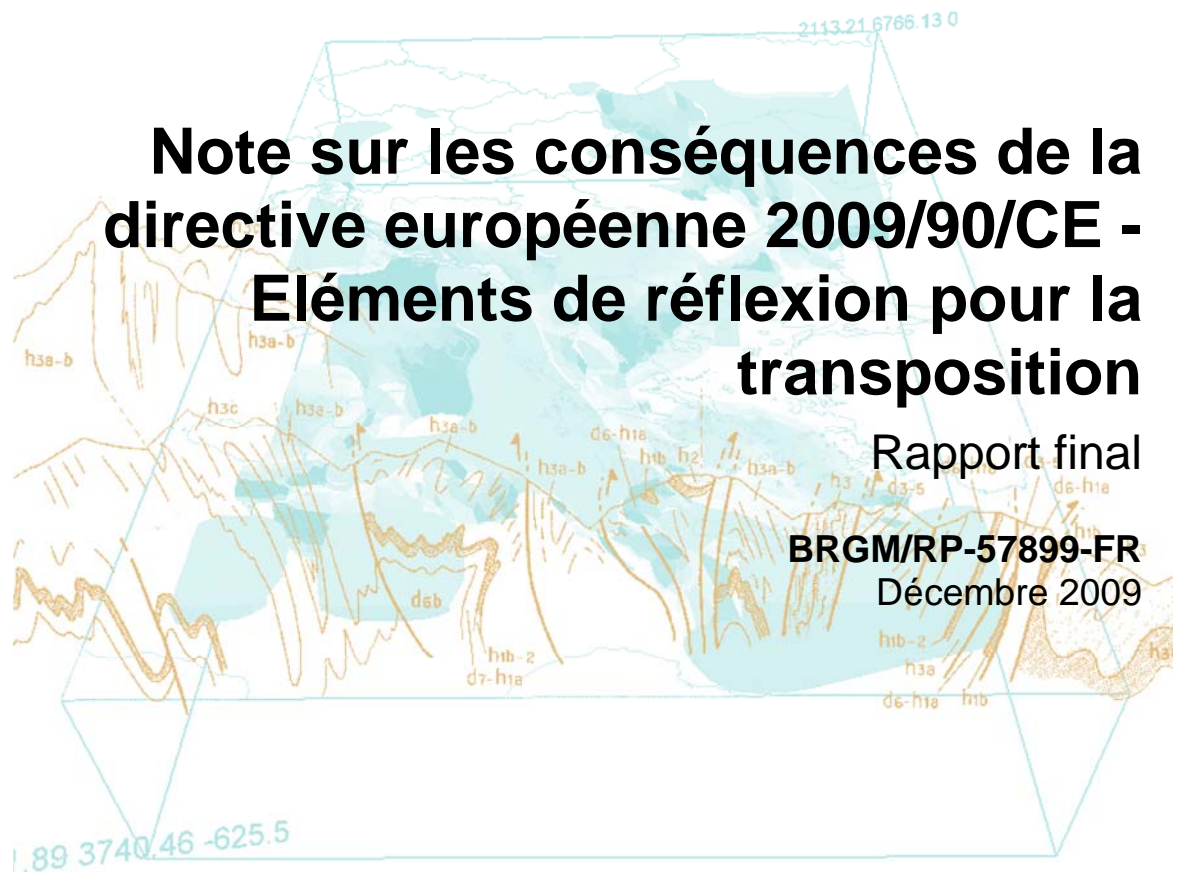


Note sur les conséquences de la directive européenne 2009/90/CE - Éléments de réflexion pour la transposition

Rapport final

BRGM/RP-57899-FR

Décembre 2009



Note sur les conséquences de la directive européenne 2009/90/CE - Eléments de réflexion pour la transposition

Rapport final

BRGM/RP-57899-FR
décembre 2009

Étude réalisée dans le cadre des projets
de Service public du BRGM

J.P. Ghestem
avec la collaboration de
M.P. Strub (INERIS), J. Lachenal et S Lardy Fontan (LNE) et P. Le Pimpec, M Coquery (CEMAGREF)

Vérificateur :

Nom : L. AMALRIC

Date :04/01/10

Signature :

Approbateur :

Nom : HERVOUET

Date : 10/01/10

Signature :

En l'absence de signature, notamment pour les rapports diffusés en version numérique, l'original signé est disponible aux Archives du BRGM.

Le système de management de la qualité du BRGM est certifié AFAQ ISO 9001:2000.

Mots clés : directive européenne ; transposition ; agrément ; assurance qualité ; analyse ;

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

GHESTEM J.P. (2009) - Note sur les conséquences de la directive européenne 2009/90/CE -
Eléments de réflexion pour la transposition. Rapport BRGM/RP-57899-FR, 27 p.

© BRGM, 2009, ce document ne peut être reproduit en totalité ou en partie sans l'autorisation expresse du BRGM.

Synthèse

La directive européenne 2009/90/CE établissant, suivant la Directive 2000/60/CE du Parlement européen et du Conseil (Directive Cadre Européenne sur l'Eau), des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état des masses d'eau a été publiée en Juillet 2009. Elle doit être transposée en droit français dans les 2 ans suivant sa publication.

Ce rapport analyse les termes de la directive, met en relief les éventuelles difficultés d'application et propose des recommandations pour sa transposition en droit français. Les principaux points abordés correspondent aux articles de la Directive.

De façon générale, le système d'agrément du Ministère chargé de l'Environnement semble être le système de choix pour la transposition de la plupart des articles de la directive 2009/90/CE.

La Directive concerne les matrices « eaux », « sédiments » et « biote ». Sur ces deux dernières matrices, les outils d'assurance et de contrôle qualité disponibles sont beaucoup moins avancés et le travail à réaliser pour ces matrices pour satisfaire les exigences de la Directive est plus conséquent. L'agrément français devrait être renforcé sur le volet « sédiment » et mis en place pour le biote.

La directive concerne essentiellement les analyses mais certains articles renvoient à la notion de « parties engagées par les laboratoires ». Une position française sera à définir sur le sujet afin de savoir si les activités d'échantillonnage doivent être prises en compte à ce niveau. Si ces activités étaient prises en compte dans la transposition de la directive, la référence d'assurance qualité pour ces activités devrait être la norme NF EN ISO 17025 et donc l'accréditation.

La définition de la limite de quantification proposée dans la Directive est large et laisse la place à des interprétations diverses. Les pratiques françaises dans ce domaine semblent néanmoins compatibles avec les exigences de la Directive.

Les exigences de la Directive en termes de validation des méthodes suivant la norme NF EN ISO 17025 et d'application d'un système d'assurance qualité conforme à cette même norme (ou norme équivalente) sont couvertes par le système d'agrément français actuel (exigences d'accréditation). Des efforts sont à prévoir sur ce point pour les matrices sédiments et surtout biote.

L'incertitude de mesure est une exigence à part entière de la Directive (50% au niveau de la NQE). Cette exigence devrait être introduite comme exigence de l'agrément.

Les exigences en termes de limites de quantification à atteindre par les laboratoires dans le cadre de la DCE doivent être fixées dans le cadre de l'agrément pour les substances et matrices concernées.

Les exigences de participation aux essais d'intercomparaison sont bien prises en compte par le système d'agrément mais il est proposé de fixer une concentration guide maximale pour les concentrations de ces essais afin que les essais soient mieux adaptés aux objectifs de la Directive.

La Directive demande enfin que les laboratoires utilisent des matériaux de référence. Cette exigence pourrait être transposée en demandant aux laboratoires de déclarer les matériaux de référence utilisés soit dans le cadre de la déclaration d'agrément soit dans le cadre des réponses aux appels d'offre pour les programmes de surveillance. Une exigence d'exploitation des résultats obtenus pour ces matériaux de référence pourrait également être demandée.

Sommaire

1. Introduction	7
1.1. CONTEXTE	7
1.2. RAPPELS SUR LE SYSTEME D'AGREMENT DES LABORATOIRES	7
2. Objectifs de la directive	9
3. Analyse de la directive	11
3.1. ARTICLE 1 : OBJET	11
3.2. ARTICLE 2 : DEFINITIONS	11
3.3. ARTICLE 3 : METHODES D'ANALYSES	13
3.4. ARTICLE 4 : CRITERES DE PERFORMANCE MINIMAUX POUR LES METHODES D'ANALYSE	14
3.4.1. Incertitude de mesure	14
3.4.2. Limite de quantification	16
3.4.3. Concept de meilleure technique disponible	16
3.5. ARTICLE 5 : CALCUL DES VALEURS MOYENNES	17
3.6. ARTICLE 6 : ASSURANCE ET CONTROLE DE LA QUALITE	17
3.7. ARTICLE 7 : TRANSPOSITION	22
4. Conclusion	25
5. Bibliographie	27

1. Introduction

Le présent rapport a été élaboré dans le cadre du programme d'activité 2009 d'AQUAREF, Laboratoire National de Référence pour la Surveillance des Milieux Aquatiques et dans le cadre de la convention de partenariat ONEMA-BRGM 2009. Il a été rédigé par le BRGM en collaboration avec l'INERIS, le LNE et le CEMAGREF.

Il a pour objectif d'analyser les termes de la directive européenne 2009/90/CE [1] (établissant, suivant la Directive 2000/60/CE du Parlement européen et du Conseil, des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état des masses d'eau), de mettre en relief les éventuelles difficultés d'application et de proposer des recommandations pour sa transposition en droit français.

Dans la suite du rapport, la Directive sera analysée article par article. Pour chaque article, le texte français de la directive sera donné sur fond gris.

1.1. CONTEXTE

Afin d'atteindre l'objectif de bon état des masses d'eau à l'horizon 2015, la Directive Cadre Européenne sur l'Eau a entraîné la mise en place de nombreux programmes de surveillance et l'acquisition régulière dans chaque état membre de très nombreuses données. Afin de garantir une interprétation homogène des résultats au niveau européen, il est rapidement apparu indispensable de fixer des exigences d'assurance et de contrôle qualité sur les méthodes utilisées.

Dès 2005, au sein du CMA (Chemical Monitoring Activity), groupe d'experts européens piloté par la commission européenne, un projet de Directive sur l'assurance et le contrôle qualité dans le cadre de la DCE a été élaboré. Ce projet a donné lieu à beaucoup d'échanges et de discussions durant près de 3 ans.

Le 31 Juillet 2009, a finalement été publiée la Directive 2009/90/CE [1] (également appelée Directive « QAQC »).

La transcription de cette directive en droit national doit se faire avant le 31 Juillet 2011.

1.2. RAPPELS SUR LE SYSTEME D'AGREMENT DES LABORATOIRES

Dans ce rapport il sera beaucoup fait référence au système d'agrément des laboratoires par le Ministère en Charge de l'Environnement.

La nouvelle version de l'agrément des laboratoires par le ministère de l'environnement a été mise en place en 2006 ([2]).

L'agrément est depuis cette date délivré par substance et par matrice. Les principales exigences pour être agréé pour un couple substance/matrice sont les suivantes :

- Etre accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 [3] pour cette analyse
- Effectuer l'analyse et produire les résultats sous couvert de l'accréditation
- Appliquer des méthodes satisfaisant les critères de performance fixés dans l'annexe I de l'arrêté (exigences de limites de quantification à atteindre). L'arrêté indique notamment dans l'annexe 1 que, pour les substances pertinentes établies en application du décret n° 2005-378 du 20 avril 2005 [4] relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses et des arrêtés d'application du 20 avril 2005 [5] et du 30 juin 2005 modifiés [6] la limite de quantification (LQ) calculée selon la norme XP T90-210 (1998) [7] point 5.1.3.3 ne doit pas excéder 30 % de la norme de qualité environnementale ; le laboratoire, sur justifications techniques, peut proposer pour certaines substances une limite de quantification supérieure, cette limite de quantification étant dans tous les cas inférieure ou égale à la norme de qualité environnementale.
- Participer, au moins deux fois par an, à des essais interlaboratoires incluant cette analyse, lorsque les essais existent et sont réalisés par des organisateurs d'essais interlaboratoires accrédités par une instance d'accréditation et répondant aux recommandations des guides ISO/CEI 43-1 [8] et ILAC G13 [9]; dans les autres cas, il est recommandé au laboratoire de participer à des essais interlaboratoires organisés par des organismes reconnus pour leur compétence dans le domaine concerné et répondant aux recommandations des guides ISO/CEI 43-1 [8] et ILAC G13 [9] ;
- Rédiger en français le rapport comportant les résultats de cette analyse ;
- Recevoir les demandes numériques d'analyses et produire les résultats d'analyses conformément aux spécifications d'échanges de données EDILABO établies par le service d'administration nationale des données et référentiels sur l'eau (Sandre) définies à l'annexe II.

Le système d'agrément comporte donc d'ores et déjà des exigences proches de certaines exigences de la Directive 2009/90/CE [1]. En ce sens et moyennant certaines adaptations à y apporter, il peut être un instrument adapté pour permettre au moins en partie la transposition de la Directive. Il devrait dans ce cas être exigé (comme c'est en théorie déjà le cas) pour la réalisation des analyses des programmes de surveillance DCE.

2. Objectifs de la directive

Les principaux objectifs de la directive 2009/90/CE sont les suivants :

- Garantir la qualité et la comparabilité des résultats des analyses et donc la comparabilité de l'évaluation des masses d'eau.
- Fixer des critères de performance minimaux pour les méthodes d'analyse et leur validation.
- Proposer une définition commune de la limite de quantification afin de garantir la comparabilité des résultats.
- S'assurer que les laboratoires qui effectuent les analyses chimiques apportent la preuve de leur compétence.
- Fixer des règles de calcul pour l'évaluation de l'état des masses d'eau.

Le texte confie aux états membres la responsabilité de vérifier les différentes exigences du texte (« Les états membres veillent à... »).

3. Analyse de la directive

3.1. ARTICLE 1 : OBJET

« Cette Directive établit des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état de l'eau en accord avec l'Article 8(3) de la Directive 2000/60/CE. Elle établit des critères minimums de performance pour les méthodes d'analyse devant être appliquées par les États membres pour la surveillance de l'état de l'eau, des sédiments et du biote, ainsi que des règles pour démontrer la qualité des résultats analytiques ».

Seules les méthodes d'analyse chimique et les matrices eau, sédiment et biote sont concernées.

Cet article court a cependant un impact important. Pour beaucoup des exigences citées par la suite, les méthodes et pratiques sont relativement avancées pour la matrice eau (disponibilités des méthodes, d'essais interlaboratoires, programme d'accréditation, disponibilités de normes de qualité permettant de fixer des exigences de performance...). Pour cette matrice, la transposition des exigences n'entraîne donc pas de modifications majeures du système qui existe aujourd'hui. Au contraire pour les matrices sédiments et biote, les outils d'assurance et de contrôle qualité disponibles sont beaucoup moins avancés et le travail à réaliser pour ces matrices pour satisfaire les exigences de la Directive est plus conséquent.

En particulier et si l'agrément s'avérait être le moyen choisi pour être l'outil principal de transposition de la Directive, il serait indispensable d'y renforcer la prise en compte des sédiments (matrice partiellement prise en compte) et d'y introduire le biote (absent de l'agrément pour l'instant).

3.2. ARTICLE 2 : DEFINITIONS

Aux fins de la présente directive, on entend par :

- 1) « limite de détection » (LD), le signal de sortie ou la valeur de concentration au-delà desquels il est permis d'affirmer avec un certain degré de confiance qu'un échantillon est différent d'un échantillon témoin ne contenant pas l'analyte concerné ;
- 2) « limite de quantification » (LQ), un multiple donné de la limite de détection pour une concentration de l'analyte qui peut raisonnablement être déterminée avec un degré d'exactitude et de précision acceptable. La limite de quantification peut être calculée à l'aide d'un étalon ou d'un échantillon approprié, et peut être obtenue à partir du point le plus bas sur la courbe d'étalonnage, à l'exclusion du témoin ;

3) « incertitude de la mesure », la valeur absolue du paramètre caractérisant la dispersion des valeurs quantitatives attribuées à un mesurande, sur la base des informations utilisées »].

Le point délicat de cet article concerne la définition de limite de quantification (LQ) qui donne lieu à des exigences relatives aux performances des méthodes analytiques dans les paragraphes suivants. De nombreuses discussions ont eu lieu au moment de la préparation de la directive sur cette notion capitale de LQ. Des avis et pratiques divergents existent en Europe (cf. rapport AQUAREF sur l'estimation des limites de quantification – à paraître Janvier 2010 – www.aquaref.fr).

Au final, la définition « consensuelle » choisie apparaît contradictoire (cf. rapport cité ci-dessus) entre :

- d'une part une estimation à partir d'un multiple défini de la limite de détection (en général multiple fixé à 3),
- d'autre part une exigence d'un niveau « acceptable » d'exactitude et de fidélité au niveau de la LQ (*Rem : dans le texte anglais de la directive il est mentionné « acceptable level of accuracy and precision ». Dans le texte français on trouve « niveau acceptable d'exactitude et de précision ». En toute rigueur, le terme anglais precision devrait être traduit par « fidélité ». Le terme « précision » en français doit être évité quand on évoque les concepts de métrologie et de validation de méthode. Par ailleurs la notion d'exactitude englobe les notions de justesse et de fidélité.*)

Il semble difficile de garantir systématiquement cette exigence de la directive à partir d'une estimation basée de façon automatique sur un multiple fixé de la LD (limite de détection). Le niveau « acceptable » laisse également une part à l'interprétation qu'il conviendrait de préciser rapidement pour éviter le développement de stratégies divergentes.

Cette difficulté est le reflet des différentes pratiques qui peuvent exister sur la notion de limite de quantification. Lors de l'élaboration de la directive, les discussions ont porté beaucoup sur cette définition entre les partisans de la méthodologie issue de la norme ISO 13530 [10] (de façon schématique, limite de quantification calculée comme un multiple de la LD) et les partisans d'une approche basée sur un niveau de performance requis au niveau de la limite de quantification parmi lesquels la France s'appuyant sur ses normes XPT90210 (1998) [7] et maintenant NF T90210 (2009) [11].

Le texte ne tranche pas entre ces deux approches et il n'apporte pas la plus value qui aurait été indispensable pour l'harmonisation des pratiques européennes dans le cadre de la DCE sur ce point.

L'avis du groupe ayant participé à la rédaction de ce rapport est que cette définition de la limite de quantification laisse la possibilité à la France

d'appliquer les textes normatifs nationaux notamment la nouvelle norme NF T90-210 [11] qui est basée sur un niveau défini d'exactitude à la LQ et non sur un multiple défini de la LD. Du point de vue de l'assurance sur la qualité de la donnée et de l'assurance sur la pertinence de la limite de quantification calculée, l'approche « française » semble offrir plus de garantie car elle est basée sur une vérification concrète des performances au niveau de la limite de quantification et sur un niveau d'exactitude défini.

Par ailleurs, la lecture faite de la définition de la LQ est que, quelle que soit l'approche choisie pour estimer la limite de quantification, il est demandé de respecter un niveau défini d'exactitude acceptable. Cette lecture nous semble limiter les possibles problèmes de concurrence entre laboratoires français et laboratoires européens liés par exemple à l'application d'une définition plus favorable de la limite de quantification. Dans le cadre de la norme française NFT90210 [11] le niveau d'exactitude à vérifier expérimentalement au niveau de la LQ est fixé à 60 % (sauf exigence réglementaire autre).

Différentes définitions de la limite de quantification peuvent entraîner entre laboratoires des valeurs de limites de quantification différentes et donc potentiellement une capacité ou non pour le laboratoire à respecter les exigences de la directive (30 % de la NQE).

L'agrément français (arrêté du 29 novembre 2006 [2] et modificateurs), privilégiant une définition de LQ conforme à la norme française XPT90210 [7] § 5.1.3.3 (et à terme à sa révision NF T90210 (2009) [11], constitue une position nationale de nature à minimiser cet écueil.

3.3. ARTICLE 3 : METHODES D'ANALYSES

« Les États membres veillent à ce que toutes les méthodes d'analyse, y compris les méthodes de laboratoire, de terrain et en ligne, utilisées aux fins des programmes de surveillance chimique menés dans le cadre de la directive 2000/60/CE soient validées et attestées conformément à la norme EN ISO/ IEC-17025 ou à toute autre norme équivalente reconnue à l'échelle internationale ».

Sous réserve qu'il soit exigé pour chaque substance à analyser dans les programmes de surveillance, le système d'agrément français du ministère de l'environnement répond à cet article : il impose en effet que la méthode agréée soit une méthode accréditée par le COFRAC (suivant la norme NF EN ISO 17025 [3]). Cependant la matrice biote devrait être introduite dans le texte de l'agrément.

La seule accréditation d'une méthode respecte également les exigences de ce paragraphe.

Il faut noter que cet article impose que toutes les méthodes utilisées dans le cadre de la DCE respectent cette condition. Ceci est sans doute en grande partie le cas en

France actuellement pour la matrice eau (même si des problèmes importants restent à résoudre notamment en ce qui concerne la prise en compte des matières en suspension) mais peut poser encore des problèmes pour les matrices sédiments et biote (laboratoires pas encore prêts ou en démarche soit d'agrément soit d'accréditation, programmes d'accréditation pas disponibles pour la matrice biote suivant les espèces considérées).

Il semble important dans l'optique d'une transposition de la directive de réaliser au préalable un bilan sur ce point notamment sur la matrice biote afin de s'assurer que le système mis en place sera viable.

En ce qui concerne spécifiquement la disponibilité de méthodes normalisées, le CEMAGREF a réalisé dans le cadre d'AQUAREF des inventaires pour les matrices biote et sédiments (cf rapport « Synthèse sur les méthodes normalisées existantes pour l'analyse de substances pertinentes sélectionnées dans les sédiments et le biote » à paraître sur le site www.aquaref.fr). Le nombre de méthodes disponibles pour le biote est très faible. C'est également le cas pour la matrice sédiments (pour cette matrice des méthodes sols ou boues sont souvent utilisées par défaut).

3.4. ARTICLE 4 : CRITERES DE PERFORMANCE MINIMAUX POUR LES METHODES D'ANALYSE

« Les États membres veillent à ce que les critères de performance minimaux de toutes les méthodes d'analyse utilisées soient fondés sur une incertitude de la mesure inférieure ou égale à 50 % ($k = 2$), estimée au niveau des normes de qualité environnementale applicables, et sur une limite de quantification inférieure ou égale à une valeur de 30 % des normes de qualité environnementale appropriées.

La directive fixe principalement deux critères de performance pour les méthodes d'analyse.

3.4.1. Incertitude de mesure

Le premier critère mentionné concerne l'incertitude de mesure. Cette incertitude doit être de 25 % ($k = 1$) ou encore 50 % d'incertitude élargie ($k = 2$) à une concentration correspondant au niveau de la Norme de qualité environnementale.

Tout laboratoire accrédité pour un paramètre doit être en mesure de fournir une estimation d'incertitude de mesure pour ce paramètre. C'est d'ores et déjà une exigence de l'accréditation et les laboratoires ont fait de gros efforts et travaux dans ce domaine dans les dernières années. Par contre il n'existe pas d'exigence chiffrée pour la valeur de cette incertitude dans le cadre de l'accréditation.

Pour l'instant, cette exigence n'apparaît pas dans le cadre des exigences de l'agrément. Une possibilité pour traduire cette exigence serait de l'inclure dans une

révision de l'agrément. Un laboratoire serait ainsi agréé pour une substance s'il peut montrer que son estimation d'incertitude est inférieure ou égale à 50 % ($k = 2$) au niveau de la norme de qualité environnementale. Il pourrait également être demandé à tous les laboratoires agréés de restituer systématiquement l'incertitude de mesure associée au résultat.

Ceci nécessite que les niveaux de qualité pris en compte soient bien précisés dans le texte de l'agrément par exemple par l'intermédiaire d'un tableau récapitulatif des substances et des limites de qualité associées pour toutes les matrices (eau, sédiment et biote).

Les estimations d'incertitude sont certainement encore assez hétérogènes entre laboratoires. Elles sont généralement basées sur l'une des quatre approches suivantes (XPT90220 [12]) :

1. Approche mathématique : elle repose sur un calcul selon la norme EN 13005 [13] (Guide for Uncertainty Measurement, GUM), prenant en compte des valeurs issues du contrôle métrologique du processus de mesure, et une part de variabilité attribuée à l'échantillon.
2. Approche s'appuyant sur le contrôle interne : découlant de l'exploitation des cartes de contrôle du processus de mesure, réalisées à partir de l'analyse de solutions synthétiques/matériaux de références certifiés.
3. Approche par plans d'expérience spécifiques : la valeur d'incertitude établie représente la reproductibilité interne au laboratoire sur des échantillons du même type que celui soumis au processus d'analyse, à un niveau de concentration qui peut être défini proche de la NQE.
4. Approche essais interlaboratoires : l'incertitude indiquée résulte de l'exploitation des données issues des essais interlaboratoires auquel le laboratoire a participé.

Ces approches peuvent conduire à des estimations différentes.

L'hétérogénéité des estimations nécessitera certainement à court terme, des phases d'harmonisation des pratiques des laboratoires et des vérificateurs de l'agrément. La persistance de ces hétérogénéités est en grande partie liée au fait que les incertitudes ainsi estimées sont pour l'instant très peu diffusées par les laboratoires, à la différence des LQ. La généralisation de la diffusion de ce paramètre à l'identique de ce qui a été fait pour les LQ devrait permettre de converger vers des incertitudes plus homogènes.

Remarque sur la notion d'incertitude élargie :

De façon simplifiée, quand un laboratoire estime une incertitude de mesure il effectue un calcul qui lui permet d'obtenir une incertitude type u . La valeur vraie de la grandeur à mesurer a une probabilité de 65 % de se situer dans l'intervalle « résultat rendu $\pm u$ ».

La plupart des normes sur l'incertitude impose de rendre l'incertitude sous la forme d'un intervalle élargie $U = 2u$. Dans ces conditions, la valeur vraie de la grandeur à mesurer a une probabilité de 95 % de se situer dans l'intervalle « résultat rendu $\pm U$ ».

3.4.2. Limite de quantification

Le deuxième critère concerne la limite de quantification. A l'inverse de l'incertitude, ce critère a déjà été intégré dans le texte de l'agrément et dans beaucoup de cahiers des charges analytiques relatifs à la DCE.

La limite de quantification telle que définie à l'article 2 doit être inférieure ou égale à 30 % de la NQE. Cette exigence apparaît dans l'arrêté du 29 novembre 2006. La limite de quantification y est définie à travers l'ancienne norme française XP T90210 (1998) [7] § 5.1.3.3. Cette référence devrait être modifiée en faisant référence à la nouvelle norme française NF T90-210 (Mai 2009) [11]. Implicitement, cette modification entraîne une exigence d'exactitude à la limite de quantification de 60 % au maximum.

Outre le texte de l'agrément, ces deux exigences (LQ et incertitude) peuvent aussi aisément être intégrées dans les cahiers des charges analytiques liés à la DCE.

Comme déjà précisé plus haut, il sera indispensable de préciser aussi sur ce point les exigences pour les matrices biote et sédiments.

3.4.3. Concept de meilleure technique disponible

En l'absence de norme de qualité environnementale appropriée pour un paramètre donné ou en l'absence de méthode d'analyse répondant aux critères de performance minimaux visés au paragraphe 1, les États membres veillent à ce que la surveillance soit effectuée à l'aide des meilleures techniques disponibles n'entraînant pas de coûts excessifs.

La notion de « meilleure technique disponible n'entraînant pas de coûts excessifs » est délicate à traduire en exigences opérationnelles.

Quelle que soit l'interprétation donnée, ce point de la directive implique que même s'il n'existe pas de NQE, des exigences de performance soient fixées par les états membres pour toute méthode d'analyse chimique utilisée dans le cadre de la DCE.

Les exigences de performance pourraient être fixées par les membres d'AQUAREF qui utiliseront leur connaissance :

- de la normalisation,
- de l'état de l'art scientifique,

- des capacités des laboratoires français et européens (dont ceux d'AQUAREF)
- des besoins de suivis environnementaux.

La rédaction d'un arrêté modificateur d'agrément répertoriant l'ensemble des substances analysables ainsi que les NQE et/ou les exigences de performance associées étant difficilement envisageable (difficulté de mise à jour, liste très longue,...), la préparation par AQUAREF, en concertation avec les donneurs d'ordre, d'un fichier national regroupant en fonction des objectifs et des programmes DCE les substances à analyser et les exigences de performance associées pourrait être une solution pour répondre à cet article. Ce fichier servirait de base de données harmonisée pour les donneurs d'ordre opérant dans le cadre de la DCE. Ce fichier serait remis à jour par exemple sur une base annuelle. Il constituerait la référence pour le respect des exigences de l'article 4 de la Directive au niveau européen. Il pourrait par exemple être lié à la base LABEAU.

3.5. ARTICLE 5 : CALCUL DES VALEURS MOYENNES

1. Lorsque les valeurs des mesurandes physicochimiques ou chimiques d'un échantillon donné sont inférieures à la limite de quantification, on indique comme résultat de la mesure la moitié de la valeur de la limite de quantification concernée pour le calcul des valeurs moyennes.
2. Lorsque la valeur moyenne calculée des résultats de mesure visés au paragraphe 1 est inférieure à la limite de quantification, il est fait référence à la valeur en indiquant « inférieure à la limite de quantification ».
3. Le paragraphe 1 ne s'applique pas aux mesurandes qui correspondent à la somme d'un groupe donné de paramètres physicochimiques ou de mesurandes chimiques, y compris leurs métabolites et produits de dégradation et de réaction. En pareil cas, les résultats inférieurs à la limite de quantification des substances individuelles sont remplacés par zéro ».

Cet article concerne les règles de calcul des moyennes pour établir l'état des masses d'eau. Il concerne plus spécifiquement les donneurs d'ordre. Ces règles sont pour la plupart déjà appliquées notamment dans le guide technique « évaluation de l'état des eaux douces de surface de métropole ». Les exigences de cet article étaient également déjà intégrées dans la directive fille eau souterraine 2006/118/CE [14].

3.6. ARTICLE 6 : ASSURANCE ET CONTROLE DE LA QUALITE

1. Les États membres veillent à ce que les laboratoires ou les parties engagées par les laboratoires appliquent des systèmes de gestion de la qualité conformes à la norme

EN ISO/IEC-17025 ou à toute autre norme équivalente reconnue à l'échelle internationale.

Le système d'agrément mis en place en France depuis 2006 impose que les laboratoires soient accrédités pour être agréés. En France l'accréditation est décernée par le COFRAC suivant le référentiel NF EN ISO CEI 17025 [3], ce qui est en accord avec la directive. L'accréditation recouvre non seulement la validation des méthodes comme décrit dans l'article 3 de la Directive mais également de façon plus générale le système de gestion de la qualité. Cette exigence est donc couverte par la simple accréditation et donc par le système d'agrément.

Le fait de s'appuyer sur l'accréditation et donc sur la norme NF EN ISO 17025 [3] est plus « prescriptif » que les termes de l'article qui ouvrent vers « ou tout autre norme équivalente reconnue à l'échelle internationale ». Cependant, il apparaît très difficile de justifier du choix d'un autre référentiel et de prouver son équivalence point par point à la norme NF EN ISO 17025 [3].

Le point délicat de cet article concerne la notion de « parties engagées par les laboratoires ». La notion de « parties engagées par les laboratoires » peut recouvrir uniquement les prestations d'analyse chimique sous traitées par un laboratoire. Elle peut aussi renvoyer à la problématique de l'échantillonnage.

En effet, on peut se demander si l'échantillonnage est concerné par la directive. Il pourrait l'être à deux niveaux :

- Dans le cas où les opérations d'échantillonnage sont réalisées en interne par le laboratoire, est-il sous entendu que l'ensemble des opérations effectuées par le laboratoire et donc l'échantillonnage doivent respecter l'exigence de conformité à la norme NF EN ISO 17025 [3] ou système équivalent ?
- Dans le cas où le laboratoire sous traite les opérations d'échantillonnage à un bureau d'étude ou à un prestataire spécialisé, faut-il également comprendre que ces organismes doivent être conformes à la norme NF EN ISO 17025 [3] (ou équivalent) pour ces opérations d'échantillonnage ?

Ce point devait être éclairci dans le cadre de la rédaction du guide sur l'assurance qualité qui devait être préparé au sein du CMA (Chemical Monitoring Activity) fin 2009 et début 2010. Les objectifs de ce document ayant changé et les délais ayant été repoussés, ce point devra être tranché au niveau français.

2. Les États membres veillent à ce que les laboratoires ou les parties engagées par les laboratoires apportent la preuve de leur compétence dans l'analyse des mesurandes physicochimiques ou chimiques :

a) par leur participation à des programmes d'essais d'aptitude couvrant les méthodes d'analyse, visées à l'article 3 de la présente directive, des mesurandes à des niveaux de concentration qui sont représentatifs des

programmes de surveillance chimique menés dans le cadre de la directive 2000/60/CE ;

b) par l'analyse de matériaux de référence disponibles, représentatifs des échantillons prélevés et contenant des niveaux de concentration appropriés au regard des normes de qualité environnementale applicables visées à l'article 4, paragraphe 1. 3.

3 Les programmes d'essais d'aptitude visés au paragraphe 2, point a), sont organisés par des organisations agréées ou par des organisations reconnues conformes, à l'échelle internationale ou nationale, aux exigences mentionnées dans le guide ISO/IEC 43- 1 ou à d'autres normes équivalentes reconnues à l'échelle internationale

Les résultats de la participation à ces programmes sont évalués à l'aide des systèmes de notation établis dans le guide ISO/IEC 43- 1 ou dans la norme ISO-13528 ou dans d'autres normes équivalentes reconnues à l'échelle internationale.

Ces exigences concernent l'utilisation par les laboratoires des outils de contrôle qualité suivants : essais interlaboratoires et matériaux de référence, sans prescription de fréquence.

Participation à essais interlaboratoires

L'accréditation impose la participation à des essais interlaboratoires. La fréquence n'en est pas définie.

L'agrément renforce ce point en exigeant la participation à deux essais interlaboratoires par an pour chaque substance et chaque matrice. Le système d'agrément va donc plus loin que la directive sur ce point.

L'arrêté « agrément » est également précis sur les normes que doivent respecter les organisateurs d'essais interlaboratoires. Il impose soit l'accréditation des organismes suivant les guides ISO CEI 43-1 [8] et ILAC G13 [9] soit le respect des exigences de ces guides pour l'organisation des essais interlaboratoires.

L'arrêté ne cite pas la norme ISO 13528 [15], dont la parution est postérieure à la publication de l'arrêté, mais uniquement la norme ISO 43-1 [8] pour ce qui concerne l'exploitation des essais. Cette norme ISO 13528 [15] pourrait être citée dans le cadre de l'arrêté lors d'une prochaine révision. Ce point n'est pas critique mais l'arrêté est plus restrictif que la directive sur ce point sans que cela ajoute une plus value sur la qualité des résultats. La norme ISO 13528 [15] est répandue et acceptée largement parmi les organisateurs d'essais interlaboratoires. Elle décrit entre autre, différentes méthodes de traitement des résultats des essais interlaboratoires.

La directive insiste sur l'importance pour les laboratoires de participer à des essais dont les niveaux de concentration et les matrices sont représentatifs des programmes de surveillance. Afin de transposer cette exigence, une valeur guide de concentration

pourrait être proposée pour définir les essais interlaboratoires « DCE compatibles ». Un facteur maximum (1, 3, 5, ou 10) pourrait être proposé comme rapport entre le niveau de concentration de l'essai et la NQE de la substance considérée.

Exemple : pour l'alachlore dont la NQE est de 0,3 µg/l la concentration maximale recommandée pour un essai interlaboratoire serait de 0,3, 0,9 ou 1,5 µg/l pour un facteur fixé respectivement à 1, 3 ou 5.

Les exigences en termes de représentativité de la matrice semblent plus faciles à assurer bien que la prise en compte de la charge en matière en suspension reste un problème pour la matrice « eau » et la prise en compte de la diversité des matrices (espèces et organes) pour le biote ne soit pas évidente.

La disponibilité des essais d'aptitude n'est pas assurée pour toutes les substances et toutes les matrices. Compte tenu de ces exigences nouvelles, un travail important est à réaliser en France par les fournisseurs français d'essais interlaboratoires avec le soutien d'AQUAREF afin qu'ils puissent proposer une offre plus complète et adaptée qu'actuellement. Notamment la disponibilité d'essais d'aptitude pour la matrice biote est très faible.

Il est bien sûr possible de trouver des offres à l'étranger. Toutefois, pour un laboratoire, la diversification des fournisseurs étant une difficulté à prendre en compte, il semble judicieux d'inciter les fournisseurs français à développer leur offre ou bien à s'insérer dans des systèmes de collaborations inter-OCIL, tels que PT-WFD¹, afin qu'ils puissent jouer un rôle d'interface active entre l'offre nationale et l'offre européenne.

Utilisation de matériaux de référence

Du point de vue de la qualité des données, l'objectif de l'article 6 est de s'assurer que les laboratoires ont défini et mettent régulièrement en œuvre un protocole interne de vérification de leurs résultats, à partir d'échantillons représentatifs (prenant en compte la matrice) dopés ou pas à des concentrations adaptées c'est-à-dire proches des NQE.

Cette exigence concernant l'utilisation de matériaux de référence est difficile à transposer pour les raisons suivantes :

¹ The Self-committed Network of PT Providers to Support the Implementation of the Water Framework Directive - www.PT-WFD.eu

- La disponibilité des matériaux de référence est globalement faible pour les substances et matrices concernés par les programmes DCE et elle est inégalement répartie entre substances (pour les paramètres minéraux, de nombreux matériaux sont disponibles ; ce n'est pas le cas pour les molécules organiques ; des inégalités existent aussi entre matrices).
- Cette exigence a rarement été formulée d'une façon aussi claire dans un texte réglementaire. La façon de traduire concrètement cette exigence est donc entièrement à concevoir.
- Les matériaux de référence sont souvent utilisés au quotidien pour vérifier la fidélité et la justesse d'une méthode ou encore pour participer à l'estimation des incertitudes de mesure. La justesse d'une méthode est souvent considérée comme vérifiée à travers la participation aux essais interlaboratoires même si la traçabilité métrologique de ces essais n'est pas assurée alors qu'elle est réputée l'être pour les matériaux de référence certifiés.
- Faut-il demander l'une des deux conditions ou bien les deux (participation à essais interlaboratoires et/ou utilisation de matériaux de référence) ?

Il est aussi important de préciser la notion de « matériau de référence ». Dans le VIM (Vocabulaire International de Métrologie JCGM :2008 [16]), on trouve les définitions suivantes :

- Matériau de référence : matériau suffisamment homogène et stable en ce qui concerne des propriétés spécifiées, qui a été préparé pour être adapté à son utilisation prévue pour un mesurage.
- Matériau de référence certifié : matériau de référence, accompagné d'une documentation délivrée par un organisme faisant autorité et fournissant une ou plusieurs valeurs de propriétés spécifiées avec les incertitudes et les traçabilités associées, en utilisant des procédures valables.

Un matériau de référence a donc une qualité métrologique moindre qu'un matériau certifié. Ces définitions mettent en relief une certaine ambiguïté de la directive sur ce point. La directive parle de matériau de référence. Un matériau de référence peut être un matériau interne caractérisé par le laboratoire et utilisé en routine. Dans ce cas, la disponibilité de matériau est potentiellement beaucoup plus large que la disponibilité de matériaux de références certifiés. Les informations obtenues ne seront cependant pas de même qualité.

Le coût des matériaux ne sont pas non plus les mêmes. De façon générale, les matériaux de référence certifiés sont beaucoup plus chers que les matériaux de référence et ne peuvent pas être utilisés de façon aussi fréquente.

Une hypothèse pour traduire cet article, serait, dans le cadre de l'agrément, de demander à chaque laboratoire, de la même façon qu'il effectue la synthèse de ses essais interlaboratoires, de fournir une synthèse des contrôles internes sur matériau de

référence. La saisie de cette information devrait être très simplifiée pour faciliter le travail des laboratoires. Le choix du matériau devrait être assez ouvert à :

- Des matériaux de référence certifiés.
- Des matériaux de référence commerciaux homogènes, stables mais non certifiés.
- Des matériaux de référence internes préparés par le laboratoire (échantillons dopés ou pas).

La demande aux laboratoires pourrait aussi se faire dans le cadre des appels d'offre des agences de l'eau. De la même façon que les laboratoires déclarent leurs limites de quantification dans leurs réponses au cahier des charges, ils pourraient aussi déclarer le type de matériau de référence utilisé pour chaque substance.

En termes d'assurance qualité, ceci se traduirait également, pour les laboratoires agréés, par l'obligation de disposer d'une procédure d'exploitation et de synthèse des résultats d'analyse de ces matériaux de référence (entre autre sous forme par exemple de cartes de contrôle), dont la pertinence et la bonne mise en œuvre pourrait faire l'objet d'un contrôle au cours de la vérification par les auditeurs du COFRAC des critères d'agrément.

Le LNE a réalisé en 2008 dans le cadre d'AQUAREF un « état des lieux des matériaux de référence (MRC) disponibles et manquants vis-à-vis de la liste des substances prioritaires de la directive cadre eau (DCE) et proposition d'une solution alternative en attendant le comblement des besoins. »

(<http://www.aquaref.fr/domaine/chimie/disponibilite-des-materiaux-de-referance-face-aux-besoins-de-la-reglementation-europe>)

3.7. ARTICLE 7 : TRANSPOSITION

1. Les États membres mettent en vigueur les dispositions législatives, réglementaires et administratives nécessaires pour se conformer à la présente directive au plus tard deux ans après son entrée en vigueur. Ils communiquent immédiatement à la Commission le texte de ces dispositions.

Lorsque les États membres adoptent ces dispositions, celles-ci contiennent une référence à la présente directive ou sont accompagnées d'une telle référence au moment de leur publication officielle. Les modalités de cette référence sont arrêtées par les États membres.

2. Les États membres communiquent à la Commission le texte des dispositions essentielles de droit interne qu'ils adoptent dans le domaine régi par la présente directive

La transposition doit intervenir avant le 21 Aout 2011.

4. Conclusion

La Directive 2009/90/CE établissant, suivant la Directive 2000/60/CE du Parlement européen et du Conseil, des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état des masses d'eau doit être transposée en droit français avant le 31 Juillet 2011.

Les points ci-dessous résument les principales propositions de ce rapport pour la transposition de cette Directive :

- Le système d'agrément semble être le système de choix pour la transposition de la plupart des articles de la directive 2009/90/CE.
- L'agrément répond déjà en grande partie à certaines exigences de la Directive 2009/90/CE.
- L'agrément devrait être renforcé sur la partie sédiments (exigences spécifiques sur les méthodes, exigences de limites de quantification, ...) et être élargi au biote. Un état des lieux des capacités des laboratoires, des outils disponibles et de leur utilisation en termes de contrôle qualité pour la matrice « biote » principalement (mais aussi « sédiment ») semble nécessaire afin de s'assurer que le système qui sera mis en place sera viable.
- La pratique française de l'estimation des limites de quantification est jugée compatible avec la directive. L'agrément devrait être mis à jour sur ce point en prenant en compte la nouvelle norme NF T 90210.
- L'agrément impose l'accréditation ce qui répond aux exigences de conformité des laboratoires et des méthodes à la norme Nf EN ISO 17025 ou norme équivalente.
- Des efforts importants sont sans doute nécessaires pour les matrices biote et sédiments sur cet aspect de l'assurance qualité (accréditation) : efforts des laboratoires, des organismes d'accréditation afin que l'accréditation pour ces matrices se situe au même niveau que l'accréditation pour l'eau (en termes de couverture des substances, de disponibilité d'outils de contrôle qualité, ..), utilisation de matériaux de référence, participation à essais interlaboratoires.
- L'incertitude de mesure devrait être un critère de performance à exiger dans l'agrément au même niveau que les exigences sur la limite de quantification.
- Les exigences en termes de LQ et d'incertitude devraient être précisées et claires pour les laboratoires. Notamment, les NQE ou autres valeurs réglementaires de référence en cas d'absence de NQE ou exigences de LQ correspondant « aux meilleures méthodes disponibles n'entraînant pas de coûts excessifs » doivent être disponibles. Il est proposé de créer un fichier

récapitulatif des substances à suivre ou suivies dans les programmes de surveillance incluant les exigences minimales de performance par substance et par matrice. Ce fichier servirait de base pour les critères d'agrément et pour les exigences de cahier des charges.

- La question relative aux « parties engagées par les laboratoires » (échantillonnage, sous traitance, ...) devra être tranchée soit au niveau européen soit au niveau français. Les conséquences peuvent être importantes pour la mise en place future de la directive.
- L'agrément couvre une partie importante des exigences sur le thème des essais interlaboratoires. Il sera nécessaire cependant de s'assurer que les essais sont compatibles avec la DCE en termes de concentration et de matrice (fixer un niveau maximum de concentrations pour les essais par exemple). La disponibilité d'essais compatibles avec la DCE au niveau français ou en collaboration avec des réseaux européens devrait être renforcée (substances, matrices, concentrations adaptées).
- Concernant l'exigence d'utilisation de matériaux de référence, il est proposé de demander aux laboratoires dans le cadre de l'agrément (ou bien dans les réponses aux cahiers des charges relatifs aux appels d'offre) de déclarer régulièrement les matériaux de référence utilisés par substance et par matrice et de disposer d'une procédure d'exploitation des résultats (type carte de contrôle).

5. Bibliographie

[1] Directive 2009/90/CE : directive établissant, suivant la Directive 2000/60/CE du Parlement européen et du Conseil, des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état des masses d'eau.

[2] Arrêté du 29 novembre 2006 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement

[3] NF EN ISO/CEI 17025 (2005) : Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais, AFNOR.

[4] Décret n°2005-378 du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses

[5] Arrêté du 20 avril 2005 modifié pris en application du décret du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses

[6] Arrêté du 30 juin 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses

[7] XP T90-210 (1999) - Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation d'une méthode alternative d'analyse physico-chimique quantitative par rapport à une méthode de référence (norme annulée)

[8] Guide ISO/CEI 43-1:1997: Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison - Partie 1: Développement et mise en œuvre de systèmes d'essais d'aptitude

[9] ILAC G13: 02/2007 - ILAC Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes.

[10] ISO/TS 13530:2009 Qualité de l'eau -- Lignes directrices pour le contrôle de qualité analytique pour l'analyse chimique et physicochimique de l'eau

[11] NF T90-210 (2009) Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire

[12] XP T90-220 (2003) - Qualité de l'eau - Protocole d'estimation de l'incertitude de mesure associée à un résultat d'analyse pour les méthodes physico-chimiques

[13] NF ENV 13005 (1999) : Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure

[14] DIRECTIVE 2006/118/CE DU PARLEMENT EUROPÉEN ET DU CONSEIL du 12 décembre 2006 sur la protection des eaux souterraines contre la pollution et la détérioration

[15] NF ISO 13528 (2005) - Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires

[16] JCGM 200:2008. International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms. (VIM). Vocabulaire international de métrologie - Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)



Centre scientifique et technique
Service Métrologie, Monitoring, Analyse
3, avenue Claude-Guillemin
BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34