

Délais de conservation avant analyse des échantillons d'eau Restitution de l'enquête Aquaref-Anses

P. Moreau, J.P. Ghestem (BRGM),
S. Lardy-Fontan (LNE), C. Rosin (ANSES)

Décembre 2021

Note de synthèse

En partenariat avec



Avec le soutien de



Contexte de programmation et de réalisation

Cette synthèse a été réalisée dans le cadre du programme scientifique et technique Aquaref pour l'année 2020/2021, thème « Améliorer les opérations d'échantillonnage et de mesures in situ », action « Acquisition de données sur la stabilité des substances à surveiller - volet "enquête laboratoires" ».

Auteur (s) :

Pauline MOREAU
BRGM
p.moreau@brgm.fr

Jean-Philippe GHESTEM
BRGM
jp.ghestem@brgm.fr

Sophie Lardy-Fontan
LNE
sophie.lardy-fontan@lne.fr

Christophe ROSIN
ANSES
Christophe.ROSIN@anses.fr

Vérification du document :

Laurence Amalric
BRGM
l.amalric@brgm.fr

Bénédicte Lepot
INERIS
Benedicte.Lepot@ineris.fr

Christelle Margoum
INRAE
christelle.margoum@inrae.fr

Les correspondants

OFB : Nicolas Gaury - nicolas.gaury@ofb.gouv.fr

BRGM : Jean-Philippe GHESTEM - jp.ghestem@brgm.fr

Référence du document : Pauline Moreau, Jean Philippe Ghestem, Sophie Lardy-Fontan, Christophe. Rosin - Délais de conservation avant analyse des échantillons d'eau - Restitution de l'enquête Aquaref-Anses - Rapport AQUAREF 2021 - 22 p.

Droits d'usage :	<i>Accès public</i>
Couverture géographique :	<i>International</i>
Niveau géographique :	<i>National</i>
Niveau de lecture :	<i>Professionnels, experts</i>
Nature de la ressource :	<i>Document</i>

Table des matières

1. CONTEXTE	7
2. DEROULEMENT DE L'ENQUETE	8
2.1 Chronologie de l'action	8
2.2 Questions posées	9
3. PROCOLES DES ETUDES DE STABILITE ET DONNEES PRISES EN COMPTE DANS L'ETUDE	9
3.1 Délai de stabilité	9
3.2 Critère de décision pour évaluer la stabilité	9
3.3 Matrice(s) utilisée(s) pour les études	10
3.4 Conditions de mise en œuvre	10
3.5 Conditions de stockage	10
3.6 Prétraitement éventuel	10
3.6.1 Ajout d'un stabilisant	10
3.6.2 Utilisation d'un étalon interne (EI).....	11
3.6.3 Impact du retrait des données acquises en présence d'un stabilisant ou d'un étalon interne.....	11
4. METHODE DE TRAITEMENT DES RESULTATS	11
4.1 Description du tableau de données.....	11
4.2 Logigramme utilisé pour le traitement des données.....	12
4.3 Zoom sur l'exploitation de quelques substances	13
5. SYNTHESE DES RESULTATS	15
5.1 Substances pour lesquelles un délai consensus entre au moins 3 laboratoires a pu être établi	15
5.2 Substances pour lesquelles un délai consensus entre 2 laboratoires a pu être établi.....	16
5.3 Substances pour lesquelles un seul délai est disponible.....	18
5.4 Substances pour lesquelles des incohérences ont été identifiées	18
5.4.1 Focus sur les HAP	18
5.4.2 Autres substances présentant une incohérence	19
6. CONCLUSIONS	20
7. BIBLIOGRAPHIE	21

Remerciements

Huit laboratoires ont partagé leurs données dans cette étude. Il s'agit des laboratoires :

- CTC
- Eau De Paris
- Eurofins Analyses pour l'environnement France
- GIRPA
- Laboratoire des Pyrénées et des Landes
- QUALYSE (Tulle)
- QUALYSE (la Rochelle)

Aquaref et l'Anses remercient vivement ces laboratoires pour avoir accepté de partager leurs données, pour le temps consacré et pour la qualité des échanges.

1. Contexte

La fiabilité des résultats d'analyse d'échantillons d'eau est fortement conditionnée par la stabilité des substances tout au long de la chaîne de mesure. En ce sens, le délai entre le prélèvement et la mise en analyse par les laboratoires est un point particulièrement critique. Les exigences normatives concernant ce délai et celles transcrites dans les appels d'offres par les gestionnaires sont fortes, et pas nécessairement fondées sur des données robustes. Pour certaines substances, les textes normatifs conseillent de réaliser l'analyse dans les 24 ou 48 heures, et c'est en règle générale ce délai qui est appliqué. En pratique, des difficultés d'application de ces exigences sont régulièrement soulevées. Si ces contraintes sont relativement bien maîtrisées en métropole, le cas des échantillons prélevés dans les DROM est plus complexe en raison de l'éloignement et donc des durées de transport vers la métropole plus importantes. En effet, de nombreux échantillons prélevés dans les DROM parviennent dans les laboratoires d'analyse métropolitains entre 48 et 72 heures après le prélèvement. Une tolérance sur le délai maximal acceptable avant analyse (appelé DMAA¹) est donc accordée dans certains cas pour ces échantillons prélevés dans les DROM, mais sans fondement technique. Par ailleurs, pour certaines substances surveillées, aucun DMAA n'est mentionné dans les normes, et les données relatives à la stabilité sont peu nombreuses voire contradictoires. Cette situation rend difficile l'établissement de prescriptions techniques réglementaires et contractuelles, et met donc en évidence un besoin d'acquérir des données sur la stabilité de certaines substances et un besoin d'harmonisation des exigences entre DROM et métropole.

Afin de préciser les recommandations opérationnelles sur ce sujet, Aquaref réalise depuis 2014 des études techniques et documentaires. En particulier, un premier bilan des données bibliographiques disponibles sur la stabilité dans des échantillons d'eau d'environ 450 substances a été réalisé [1]. En parallèle, Aquaref a publié un guide [2] établissant des recommandations pour la réalisation d'études de stabilité, afin d'assurer la comparabilité des résultats obtenus dans différents laboratoires. Sur cette base, des documents normatifs sont en cours de publication au niveau national et international : AFNOR FD T 90-240 et ISO 5667-25. De plus, pour apporter des informations sur la stabilité de certaines substances, et pour mettre en application le protocole et le mode de traitement des résultats détaillés dans ces documents, Aquaref a mené, depuis 2015, des essais en laboratoires sur différentes familles de composés organiques (pesticides, HAP, substances nouvellement réglementées ...) pour caractériser leur stabilité dans des eaux de surface ou souterraines [3-8].

¹ Il correspond au délai entre l'échantillonnage et le démarrage des étapes critiques en laboratoire destinées à éviter l'évolution de l'échantillon.

En parallèle, des initiatives sont également prises par les Organismes de Comparaisons Interlaboratoires (OCIL) pour progresser sur ces questions de stabilité, notamment via l'organisation d'essais spécifiques.

Les travaux Aquaref mentionnés ci-dessus ont permis d'apporter des recommandations opérationnelles, mais pour de nombreuses substances, les données restent incomplètes ou incohérentes, et des données complémentaires sont nécessaires.

Afin d'éviter la multiplication d'études de stabilité dans chaque laboratoire, Aquaref, en partenariat avec l'Anses, a proposé entre 2018 et 2020 une enquête auprès de laboratoires d'analyse environnementale nationaux visant à recueillir leurs données de stabilité. Cela permet de tester les possibilités d'un travail collectif sur cette question, c'est-à-dire la mise en commun et le partage de données entre différents laboratoires. L'objectif est de progresser plus rapidement sur la connaissance des DMAA et de disposer de données consolidées pour alimenter les documents prescriptifs tels que les guides techniques Aquaref, les documents réglementaires nationaux, mais également pour être force de proposition à la normalisation, notamment pour la révision de la norme NF EN ISO 5667-3.

Cette note, à destination des acteurs de la surveillance des milieux aquatiques (donneurs, d'ordre, gestionnaires et laboratoires), présente la méthodologie appliquée, ainsi que les résultats obtenus dans cette enquête, pour 89 substances organiques.

2. Déroulement de l'enquête

2.1 Chronologie de l'action

Les étapes suivantes ont été réalisées :

- Préparation et envoi d'une enquête d'intention auprès des laboratoires pour identifier les laboratoires prêts à partager leurs données de stabilité. L'enquête est restée en ligne du 02/08/2018 au 28/09/2018. Le courrier explicatif est donné en annexe 1. Environ 20 laboratoires ont mentionné être prêts à partager leurs données.
- Préparation et envoi d'une première liste de 128 substances pour identifier les substances pour lesquelles les laboratoires volontaires disposent de données. Le courrier explicatif est donné en annexe 2 et a été envoyé le 18/11/2019.
- Sur la base des réponses des laboratoires volontaires, préparation d'un fichier pour recueillir les données de stabilité. Envoi du fichier le 18/02/2020 pour 89 substances (pour lesquelles au moins 3 laboratoires disposent de données). Huit laboratoires ont pu fournir des données.
- Compilation des résultats. Des demandes complémentaires ont été faites lorsque nécessaire.
- Restitution des résultats auprès des laboratoires le 12/03/2021 par visioconférence. Le support de présentation est donné en annexe 3.
- Demandes complémentaires auprès des laboratoires du fait des échanges en réunion.

- Nouvelle compilation des résultats en ne considérant que les données obtenues sans correction par un étalon interne (cf 3.6) et en considérant un délai consensuel pour au moins 3 laboratoires (et non 4 comme dans la présentation en annexe 3).
- Rédaction de la présente note de synthèse.

2.2 Questions posées

Les laboratoires volontaires et disposant de données de stabilité pour les substances ciblées ont reçu un fichier dans lequel ils devaient renseigner, pour chaque substance, les éléments suivants :

- Délai de stabilité validé par le laboratoire (en jours)
- Délai maximal testé (en jours)
- Critère de décision associé (ex : perte de moins de 20%, perte inférieure à l'incertitude de mesure...)
- Matrice(s) utilisée(s) pour l'étude (ex : ESU², ESO³, EDCH⁴, Eau embouteillée...)
- Condition de mise en œuvre (ex : concentration de dopage, nombre de répétitions.....)
- Conditions de stockage (température, flaconnage)
- Prétraitement éventuel (ex : filtration, ajout d'étalon interne à réception, ajout de stabilisant...)

3. Protocoles des études de stabilité et données prises en compte dans l'étude

Ce paragraphe analyse les réponses des laboratoires et indique comment ces réponses ont été prises en compte pour l'exploitation finale.

3.1 Délai de stabilité

Pour chaque substance, le délai de stabilité validé par le laboratoire a été comparé au délai maximal testé par le laboratoire, afin de déterminer si le laboratoire a mis en évidence une instabilité ou bien si le délai validé correspond au délai maximum testé (sans identification d'instabilité). Les délais testés dans les études vont de 1 à 30 jours. Certains laboratoires ont travaillé avec des délais très courts de 1 ou 2 jours, c'est-à-dire qu'ils n'ont pas testé la stabilité au-delà de ces délais. Cela peut s'avérer pénalisant lors de la définition du délai de consensus (voir §4).

3.2 Critère de décision pour évaluer la stabilité

Les critères retenus par les laboratoires pour évaluer la stabilité des substances sont très variables. Certains laboratoires utilisent un critère uniforme quelle que soit la substance. Par exemple, une substance est considérée comme stable si la

² ESU : Eau de surface

³ ESO : Eau souterraine

⁴ EDCH : Eau destinée à la consommation humaine

variation de concentration entre le jour de préparation et le jour de mesure est inférieur à 30%. D'autres laboratoires retiennent un critère variable tel que l'incertitude, ou les écarts-types des cartes de contrôle. Dans ce cas, les critères de décision vont de 5 à 57%.

Dans ce travail, il n'a pas été possible de réaliser un traitement des résultats en fonction de ces critères utilisés par chaque laboratoire pour évaluer la stabilité de la substance. Toutes les données, quel que soit le critère utilisé, ont été considérées. Ils ont pu être examinés au cas par cas pour tenter de lever ou expliquer des incohérences.

Cette remarque renvoie au besoin d'harmonisation des protocoles et critères de décision.

3.3 Matrice(s) utilisée(s) pour les études

Les données portant sur les matrices suivantes ont été prises en compte dans l'exploitation : eau de surface, eau souterraine, eau de consommation humaine et eau embouteillée.

En revanche, un laboratoire a fourni des données eau résiduaire et un autre laboratoire a fourni des données en solvant. Ces données qui n'ont pas non plus été prises en compte car elles ne correspondaient pas aux objectifs de l'étude.

3.4 Conditions de mise en œuvre

Les concentrations testées par les laboratoires sont variables : de quelques dizaines de ng/L à quelques µg/L. Les laboratoires ont testé de 1 à 5 niveaux de concentration pour chaque essai et réalisé 2 à 3 répétitions. Toutes ces conditions ont été prises en compte.

3.5 Conditions de stockage

Des stockages à 4°C ou par congélation dans certains cas ont été testés. Seuls les stockages à 4°C ont été pris en compte car ils correspondent aux conditions de transport des échantillons.

3.6 Prétraitement éventuel

3.6.1 Ajout d'un stabilisant

Des pratiques diverses ont été rapportées sur ce point. Plusieurs laboratoires ont ajouté du thiosulfate de sodium par défaut. Les données obtenues dans ce cas ont été prises en compte. En effet, il n'apparaissait pas justifié de retirer les données acquises en présence de thiosulfate du fait qu'a priori, il agit uniquement sur le chlore libre, et ne modifie pas la stabilité de la substance en absence de chlore, le chlore étant utilisé dans un contexte spécifique EDCH. De plus, si les données acquises en présence de thiosulfate de sodium avaient été invalidées, de nombreuses données aurait été retirées du fait qu'il est fréquemment utilisé.

En revanche lorsque d'autres stabilisants ont été utilisés, les résultats n'ont pas été pris en compte mais l'information a été tracée dans le fichier de résultats. En effet, l'utilisation d'un stabilisant ne répond pas à l'objectif de l'étude qui est d'évaluer la stabilité des substances en dehors de toute stabilisation ou traitement de l'échantillon.

3.6.2 Utilisation d'un étalon interne (EI)

Certains laboratoires emploient des étalons internes qui sont ajoutés dès le début de l'étude et servent à compenser d'éventuelles instabilités. Après les échanges lors de la présentation des résultats de mars 2021, les données obtenues avec étalon interne n'ont finalement pas été prises en compte pour cette étude, mais l'information a été tracée dans le fichier de résultats (voir §4.3 pour l'acide fénofibrique).

En effet cette pratique, qui peut être justifiée pour des protocoles internes au laboratoire, ne répond pas à l'objectif de l'étude qui est d'évaluer la stabilité des substances en dehors de toute stabilisation ou traitement de l'échantillon. En routine, les étalons internes ne sont pas ajoutés lors de l'échantillonnage, mais à l'arrivée au laboratoire. Ils ne prennent donc pas en compte les dégradations pouvant se produire durant le transport.

3.6.3 Impact du retrait des données acquises en présence d'un stabilisant ou d'un étalon interne

Comme présenté dans la suite du rapport (Tableau 2 à Tableau 6), l'élimination des données acquises en présence d'un stabilisant ou d'un EI entraîne une diminution substantielle du jeu de données (comparaison entre les colonnes « nombre total de réponses » et « nombre de réponses sans stab et sans EI » dans les tableaux de résultats). La conséquence immédiate est une perte de la robustesse des conclusions car moins de données sont considérées. De plus, parmi les données restantes, certaines sont issues d'études pour lesquelles les délais testés sont très courts (1 ou 2 jours), ce qui a tendance à diminuer le délai de consensus.

4. Méthode de traitement des résultats

4.1 Description du tableau de données

Les données des huit laboratoires ont été compilées. Selon les substances, entre 3 et 7 délais de conservation étaient disponibles. Des exemples pour le traitement des données et l'établissement des conclusions sont présentés dans le Tableau 1, pour 4 molécules.

Le code couleur suivant a été appliqué :

- Case en rouge : mise en évidence d'une instabilité
- Ecriture en bleu : pour information, utilisation d'un étalon interne (EI) lors de l'étude de stabilité pour compenser l'instabilité (ces données ne sont pas prises en compte pour l'exploitation des données).

Les tableaux présentent les données suivantes :

- Nombre de réponses pour la substance considérée (toutes conditions confondues, y compris présence d'un stabilisant ou d'un EI)
- Nombre de réponses sans prendre en compte les données acquises avec ajout d'un stabilisant (autre que thiosulfate) ou d'un EI.
- Délai au-delà duquel au moins un laboratoire a mis en évidence une instabilité

- Délai maximum validé : il s'agit du délai le plus long validé par un des laboratoires
- Délai compatible avec les résultats d'au moins 3 laboratoires (délai « consensus ») : il s'agit du même délai validé par au moins 3 laboratoires. Par exemple, pour une substance, si 3 laboratoires ont validé respectivement les délais suivants : 3, 5 et 10 jours, le délai « consensus » est 3 jours car il correspond à la durée commune incluse dans les délais étudiés par l'ensemble des 3 laboratoires. Pour plusieurs substances, du fait du retrait de certaines données (utilisation de stabilisant ou d'EI), le nombre de délais testés était moindre. Dans ce cas, un délai consensus est fourni mais avec l'information entre parenthèses du nombre de laboratoires pris en compte pour obtenir ce délai.
- Conclusion : il s'agit soit de la mise en évidence d'une incohérence entre les résultats ou bien du délai consensus (en jours) établi dans la colonne précédente (le nombre de laboratoires ayant permis d'obtenir ce délai est indiqué entre parenthèses). Il est important de préciser que si un délai est fourni dans la colonne « conclusion », cela signifie qu'aucune instabilité n'a été mise en évidence par les différentes études dans le délai annoncé. Si un laboratoire a mis en évidence une instabilité pour un délai plus long, cela n'a pas d'incidence sur la conclusion.

4.2 Logigramme utilisé pour le traitement des données

Le logigramme de la Figure 1 présente la stratégie mise en œuvre pour traiter les données et détaille notamment quelles données ont été écartées ou conservées pour l'étude.

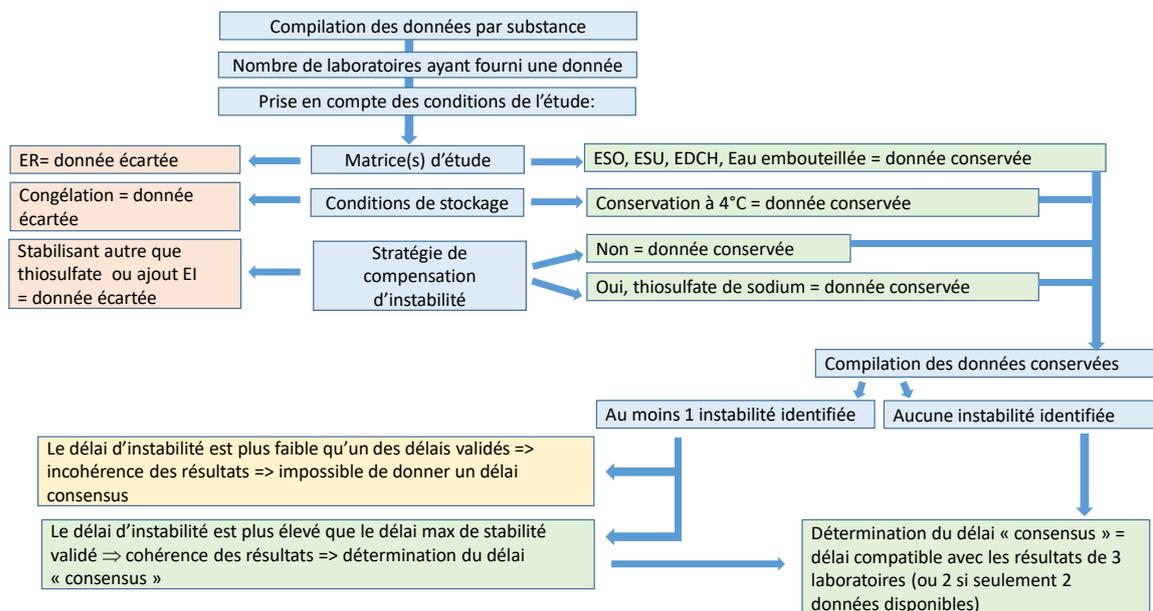


Figure 1 : Logigramme utilisé pour le traitement des données fournies par les laboratoires

4.3 Zoom sur l'exploitation de quelques substances

A des fins de meilleure compréhension, 4 cas sont détaillés dans le Tableau 1.

- Acide fénofibrique : nous disposons d'au moins 3 délais validés sans utilisation d'EI et sans stabilisation, et aucun laboratoire n'a identifié d'instabilité : 3, 9 et 15 jours. Il s'agit du cas le plus simple pour lequel il y a une cohérence entre les résultats. Les données du labo 7, obtenues avec EI ne sont pas prises en compte. Elles sont indiquées en bleu pour identifier facilement l'utilisation de l'EI.
- Triclosan : nous ne disposons pas de 3 délais sans utilisation d'EI et sans stabilisation, mais aucune instabilité n'a été identifiée. Un délai de consensus est obtenu, en prenant en compte moins de 3 données. Le nombre de laboratoires ayant permis d'obtenir le délai est mentionné entre parenthèses dans la colonne « conclusion » après le délai consensus (2 dans ce cas).
- Chlorothalonil : au moins un laboratoire a identifié une instabilité et il y a une incohérence entre les résultats. En effet, pour cette substance, 4 laboratoires ont réalisé des études sans utilisation d'EI et sans stabilisation. Sur ces 4 laboratoires, 2 ont mis en évidence une instabilité (à 0 et 14 jours) tandis que les deux autres laboratoires ont validé 2 et 14 jours de stabilité. Les conditions de mise en œuvre et les critères de validation de la stabilité sont des métadonnées qui ont été fournies par les laboratoires et exploitées, mais elles n'ont pas permis de lever l'incohérence. L'information incohérence apparaît donc dans la colonne « conclusion »
- Endosulfan alpha : au moins un laboratoire a identifié une instabilité mais les données sont cohérentes. En effet, pour cette substance, un laboratoire a identifié une instabilité à 14 jours, mais il s'agit également du délai maximal validé.

Dans la suite de la note, le détail des délais donnés par les laboratoires (colonnes aux en-têtes bleues et oranges) ne sera plus fourni, mais uniquement les colonnes de traitement et conclusion (en-têtes jaunes et grises).

Paramètre	Délai validé Labo 1	Délai max - labo 1	Délai validé labo 2	Délai max - Labo 2	Délai validé-Labo 3	Délai max - labo 3	Délai validé labo 4	Délai max - labo 4	Délai validé labo 5	Délai max - labo 5	Délai validé labo 6	Délai max - labo 6	Délai validé labo 7	Délai max - labo 7	nombre total de réponses	nb de réponses sans stab et sans EI	Délai(s) au dela duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai maximum validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 3 laboratoire	Conclusion (Délai consensus en jours ou incohérence)
Acide fenofibrique	3	3			9	9					15	15	18	33	4	3		15	3	3
Triclosan	3	3									15	15	18	33	3	2		15	3 (2 labos)	3 (2 labos)
Chlorothalonil	14	30					2	2	0	1	14	14	21	21	5	4	0, 14	14	2	incohérence
Endosulfan alpha	14	30			10	10	2	2	10	10	14	14			5	4	14	14	10	10

Tableau 1 : Exemples de traitement des données pour 4 substances, établissement des conclusions (en rouge : mise en évidence d'une instabilité) - les délais indiqués sont en jours

5. Synthèse des résultats

Ce travail a porté sur 89 substances :

- 51 substances pour lesquelles une conclusion sur un délai de consensus a pu être fournie (consensus sur au moins 2 délais validés, pas d'incohérence).
 - 29 substances pour lesquelles le consensus de 3 laboratoires est atteint (cf Tableau 2).
 - 23 substances avec un délai de consensus ≥ 3 jours (délai opérationnel du rapport Aquaref stabilité [1], notamment pour le contexte DROM).
 - 6 substances avec un délai de consensus de 2 jours
 - 22 substances pour lesquelles le délai de consensus est obtenu avec 2 laboratoires (cf Tableau 3).
- 8 substances pour lesquelles un seul laboratoire a fourni un délai de stabilisé validé sans utilisation de stabilisant ni d'EI (cf Tableau 4).
- 30 substances pour lesquelles il y a des incohérences et pour lesquelles aucun consensus n'a pu être défini (cf Tableau 5 et Tableau 6).

5.1 Substances pour lesquelles un délai consensus entre au moins 3 laboratoires a pu être établi

Pour les 29 substances listées dans le Tableau 2, un délai de consensus a pu être obtenu avec les données de 3 laboratoires.

On note que des instabilités ont été identifiées pour seulement 3 substances (pentachlorobenzène, endosulfan alpha, chlorpyriphos-méthyle). Les délais d'instabilité sont plus longs que les délais de consensus.

Paramètre	Code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nombre total de réponses	nb de réponses sans stab et sans EI	Délai(s) au delà duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai maximum validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 3 laboratoires	Conclusion (Délai consensus en jours ou incohérence)
Acide fenofibrique	5369	Acides carboxyliques	4	3		15	3	3
Oxadixyl	1666	Amides (hors	6	3		14	2	2
Benalaxyl	1687	Amides (hors	5	3		14	2	2
Pentachlorobenzène	1888	Chlorobenzène et mono-	5	4	14	14	10	10
Tetrachlorobenzène-1,2,4,5	1631	Chlorobenzène et mono-	5	3		30	2	2
1,2,3,4-Tetrachlorobenzène	2010	Chlorobenzène et mono-aromatiques	4	3		30	2	2
Quinoxifène	2028	Divers (autres	5	4		30	10	10
Méthylparabène	6695	Divers (autres	4	3		15	3	3
Aldrine	1103	Organochlorés	5	4		30	7	7
DDD 44'	1144	Organochlorés	5	4		30	10	10
DDT 24'	1147	Organochlorés	5	4		30	9	9
Dieldrine	1173	Organochlorés	5	4		30	10	10
Endosulfan alpha	1178	Organochlorés	5	4	14	14	10	10
Heptachlore	1197	Organochlorés	5	4		30	10	10
Hexachlorocyclohexane alpha	1200	Organochlorés	5	4		30	10	10
Hexachlorocyclohexane bêta	1201	Organochlorés	5	4		30	10	10
Hexachlorocyclohexane delta	1202	Organochlorés	5	4		30	10	10
Hexachlorocyclohexane gamma	1203	Organochlorés	5	4		30	10	10
Heptachlore époxyde	1748	Organochlorés	5	4		30	10	10
DDT 44'	1148	Organochlorés	5	4		30	9	9
Dicofol	1172	Organochlorés	3	3		30	2	2
Endosulfan sulfate	1742	Organochlorés	4	4		30	10	10
Dichlobenil	1679	Organochlorés	3	3		30	10	10
Méthoxychlore	1511	Organochlorés	3	3		30	2	2
Chlorpyrifos-méthyl	1540	Organophosphorés	4	4	14	14	10	10
Mévinphos (Phosdrine)	1226	Organophosph	4	4		10	3	3
Propazine	1256	Triazines et	7	4		14	7	7
Propiconazole	1257	Triazines et	5	3		14	3	3
Nicosulfuron	1882	Urées	6	3		14	3	3

Tableau 2 : Résultats et conclusions pour les substances pour lesquelles un délai consensus entre au moins 3 laboratoires a pu être établi - les délais sont indiqués en jours

5.2 Substances pour lesquelles un délai consensus entre 2 laboratoires a pu être établi

Pour les 22 substances listées dans le Tableau 3, un délai de consensus a pu être obtenu avec les données de 2 laboratoires.

On note que des instabilités ont été identifiées pour 3 substances (krésoxim-méthyl, méthyl-2-naphtalène et flzasulfuron), à des délais supérieurs ou égaux au délai consensus donné.

Paramètre	Code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nombre total de réponses	nb de réponses sans stab et sans EI	Délai(s) au delà duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai maximum validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 3 laboratoires	Conclusion (Délai consensus en jours ou incohérence)
Triclosan	5430	Autres phénols	3	2		15	3 (2 labos)	3 (2 labos)
Mercaptodiméthur	1510	Carbamates et thiocarbamate	6	2		14	2 (2 labos)	2 (2 labos)
Bromoxynil	1125	Divers (autres	5	2		31	14 (2 labos)	14 (2 labos)
Ioxynil	1205	Divers (autres	5	2		31	14 (2 labos)	14 (2 labos)
Prochloraz	1253	Divers (autres	5	2		14	3 (2 labos)	3 (2 labos)
Imidaclopride	1877	Divers (autres	5	2		14	3 (2 labos)	3 (2 labos)
Krésoxim-méthyl	1950	Divers (autres	5	2	14	14	14 (2 labos)	14 (2 labos)
Cyclophosphamide	6733	Divers (autres	3	2		15	9 (2 labos)	9 (2 labos)
Paracetamol	5354	Divers (autres	3	2		15	9 (2 labos)	9 (2 labos)
Oxazepam	5375	Divers (autres	3	2		15	9 (2 labos)	9 (2 labos)
Thiamethoxam	6390	Divers (autres	3	2		14	3 (2 labos)	3 (2 labos)
Naphtalène	1517	HAP	4	2		30	2 (2 labos)	2 (2 labos)
Pyrène	1537	HAP	4	2		30	2 (2 labos)	2 (2 labos)
Méthyl-2-Naphtalène	1618	HAP (Hydrocarbure	4	2	14	14	2 (2 labos)	2 (2 labos)
Fluorène	1623	HAP	4	2		30	2 (2 labos)	2 (2 labos)
Endosulfan	1743	Organochlorés	3	2		14	10 (2 labos)	10 (2 labos)
Méthidathion	1217	Organophosph	3	2		10	7 (2 labos)	7 (2 labos)
Métamitron	1215	Triazines et	4	2		14	3 (2 labos)	3 (2 labos)
Fluquinconazole	2056	Triazines et	4	2		14	3 (2 labos)	3 (2 labos)
Difénoconazole	1905	Triazoles et	3	2		14	10 (2 labos)	10 (2 labos)
Rimsulfuron	1892	Urées	5	2		14	3 (2 labos)	3 (2 labos)
Flazasulfuron	1939	Urées	4	2	6	6	3 (2 labos)	3 (2 labos)

Tableau 3 : Résultats et conclusions pour les substances pour lesquelles 2 délais sont disponibles - les délais sont indiqués en jours

5.3 Substances pour lesquelles un seul délai est disponible

Pour les 8 substances listées dans le Tableau 4, une seule donnée de stabilité est disponible. On peut noter que de nombreuses données ont dues être écartées pour ces substances du fait de l'utilisation de stabilisant ou d'étalon interne.

Paramètre	Code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nombre total de réponses	nb de réponses sans stab et sans EI	Délai(s) au dela duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai maximum validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 3 laboratoire	Conclusion (Délai consensus en jours ou incohérence)
Cymoxanil	1139	Acétamides et	2	1		14	14 (1 labo)	14 (1 labo)
Carbaryl	1463	Carbamates et	4	1		14	14 (1 labo)	14 (1 labo)
Carbamazepine epoxide	6725	Carbamates et thiocarbamate	3	1		15	15 (1 labo)	15 (1 labo)
Isoxaflutole	1945	Divers (autres	4	1		14	14 (1 labo)	14 (1 labo)
Fenpropidine	1700	Divers (autres	4	1		14	14 (1 labo)	14 (1 labo)
Trinexapac-ethyl	2096	Divers (autres	4	1		14	14 (1 labo)	14 (1 labo)
Dicamba	1480	Organochlorés	4	1		14	14 (1 labo)	14 (1 labo)
Ométhoate	1230	Organophosph	4	1		14	14 (1 labo)	14 (1 labo)

Tableau 4 : Résultats et conclusions pour les substances pour lesquelles un seul délai est disponible - les délais sont indiqués en jours

5.4 Substances pour lesquelles des incohérences ont été identifiées

5.4.1 Focus sur les HAP

Paramètre	Code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nombre total de réponses	nb de réponses sans stab et sans EI	Délai(s) au dela duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai maximum validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 3 laboratoire	Conclusion (Délai consensus en jours ou incohérence)
Benzo(a)anthracè	1082	HAP	4	2	1,7	7	1 (2 labos)	incohérence
Benzo(a)pyrène	1115	HAP	4	2	1,7	7	1 (2 labos)	incohérence
Benzo(b)fluoranth	1116	HAP	4	2	1,7	7	1 (2 labos)	incohérence
Benzo(k)fluoranth	1117	HAP	4	2	1,7	7	1 (2 labos)	incohérence
Benzo(g,h,i)péryl	1118	HAP	4	2	1	30	1 (2 labos)	incohérence
Fluoranthène	1191	HAP	4	2	1	30	1 (2 labos)	incohérence
Indéno(1,2,3-cd)pyrène	1204	HAP (Hydrocarbure)	4	2	1,14	14	1 (2 labos)	incohérence
Acénaphène	1453	HAP	4	2	1	30	1 (2 labos)	incohérence
Anthracène	1458	HAP	4	2	1,3	3	1 (2 labos)	incohérence
Chrysène	1476	HAP	4	2	1	30	1 (2 labos)	incohérence
Naphtalène	1517	HAP	4	2		30	2 (2 labos)	2 (2 labos)
Phénanthrène	1524	HAP	4	2	1	30	1 (2 labos)	incohérence
Pyrène	1537	HAP	4	2		30	2 (2 labos)	2 (2 labos)
Méthyl-2-Naphtalène	1618	HAP (Hydrocarbure)	4	2	14	14	2 (2 labos)	2 (2 labos)
Méthyl-2-Fluoranthène	1619	HAP (Hydrocarbure)	4	2	1	30	1 (2 labos)	incohérence
Dibenzo(a,h)anthracène	1621	HAP (Hydrocarbure)	4	2	1	30	1 (2 labos)	incohérence
Acénaphthylène	1622	HAP	4	2	1,14	14	1 (2 labos)	incohérence
Fluorène	1623	HAP	4	2		30	2 (2 labos)	2 (2 labos)

Tableau 5 : Résultats et conclusions pour les HAP - les délais sont indiqués en jours

La famille des HAP avait été ajoutée dans l'enquête comme une famille « historique » mais pour laquelle des incohérences existent entre les guides ou les normes [9]. Pour information, la norme NF EN ISO 5667-3 mentionne un délai de 7 jours (pratique recommandée) pour ces substances, sauf pour le naphtalène pour lequel un délai de 4 jours (pratique validée) est mentionné.

Des incohérences ont été identifiées pour 14/18 substances, à la fois entre les données de l'étude et par rapport aux exigences de la norme NF EN ISO 5667-3.

En particulier, des instabilités à délai très court (1 jour) ont été identifiées pour 14 substances. Les délais consensus sont très courts, à 1 ou 2 jours, alors que le délai maximal validé par certains laboratoires peut atteindre 10 à 30 jours.

Pour le naphthalène, deux laboratoires ont fourni des données. L'un a validé un délai de 30 jours et l'autre 2 jours, mais aucune instabilité n'a été mise en évidence pour cette substance.

Les incohérences observées entre les données de l'étude ne semblent pas directement liées à la valeur chiffrée du critère de décision (voir § 3.2). D'autres paramètres peuvent avoir un impact, par exemple la matrice, la prise en compte de processus de dégradation ou de sorption, la méthode d'extraction.

En conclusion, malgré le fait que cette famille de substances soit analysée depuis de nombreuses années, les données de stabilité semblent peu fiables à ce jour et des données complémentaires seraient nécessaires.

5.4.2 Autres substances présentant une incohérence

Pour les 16 substances listées dans le Tableau 6, des incohérences ont été identifiées entre les données fournies. Pour une même substance, certains laboratoires identifient des instabilités à court délai tandis que d'autres ont validé des stabilités assez longues.

Ces incohérences pourraient être liées à des biais méthodologiques. En effet, certaines substances peuvent par exemple s'adsorber sur la paroi des flacons ou sur les matières en suspension au cours de l'essai de stabilité. En fonction de la méthode d'extraction mise en œuvre, une partie de la substance adsorbée peut être récupérée de façon incomplète. Dans ce cas, les effets observés pourraient être dus à des récupérations incomplètes de l'analyte plutôt qu'à des instabilités. Ce commentaire vaut d'autant plus pour les substances hydrophobes et pour les substances dites POP (Persistent Organic Pollutant) qui, par définition, se dégradent peu. Des compléments sur les procédures mises en œuvre par les laboratoires pour la réalisation des études de stabilité seraient nécessaires.

Paramètre	Code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nombre total de réponses	nb de réponses sans stab et sans EI	Délai(s) au delà duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai maximum validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 3 laboratoires	Conclusion (Délai consensus en jours ou incohérence)
Iprodione	1206	Amides (hors	4	3	3,<3	14	<3	incohérence
Pentachlorophénol	1235	Autres phénols	6	3	7	31	2	incohérence
Chlorothalonil	1473	Divers (autres	5	4	0, 14	14	2	incohérence
Ethylparaben	6644	Divers (autres organiques)	4	3	7, résultats aléatoires	9	non déterminé	incohérence
Procymidone	1664	Divers (autres	3	3	1,7,14	14	1	incohérence
DDE 44'	1146	Organochlorés	5	4	3,14	14	3	incohérence
Endosulfan bêta	1179	Organochlorés	5	4	1,7	14	7	incohérence
Endrine	1181	Organochlorés	5	4	1	30	9	incohérence
Hexachlorobenzène	1199	Organochlorés	5	4	1	30	10	incohérence
Isodrine	1207	Organochlorés	5	4	7	30	7	incohérence
Azinphos éthyl	1110	Organophosph	5	4	1,7	30	7	incohérence
Malathion	1210	Organophosph	6	5	7,14	14	10	incohérence
Pyrimiphos-méthyl	1261	Organophosph orés	3	3	3	30	3	incohérence
Cyperméthrine	1140	Pyréthroïdes	4	4	3,14	14	3	incohérence
Deltaméthrine	1149	Pyréthroïdes	5	4	3,14	14	3	incohérence
Lambda-cyhalothrine	1094	Pyréthroïdes	3	3	3,14	14	2	incohérence

Tableau 6 : Résultats et conclusions pour les substances pour lesquelles une instabilité a été mise en évidence par au moins un laboratoire - les délais sont indiqués en jours

6. Conclusions

Ce travail était une première tentative de mise en commun des données de stabilité de substances dans des échantillons d'eau, générées par les laboratoires, dans un objectif de progresser collectivement plus rapidement sur la définition d'exigences réglementaires, normatives et d'harmoniser les pratiques des laboratoires.

Cette étude a porté sur 89 substances pour lesquelles 8 laboratoires ont fourni des données de stabilité dans des eaux douces à 4°C, sans correction des données par étalon interne. Les substances ciblées étaient celles pour lesquelles les données de stabilité étaient manquantes ou incohérentes, identifiées notamment dans des études Aquaref antérieures.

Dans ce travail, des incohérences ont été constatées entre les résultats des différents laboratoires pour 30 substances. Elles peuvent venir des conditions de mesures en œuvre de l'étude de la stabilité dans les différents laboratoires (matrices différentes, méthodes d'extraction) ou du traitement des données (critère) appliqué par les différents laboratoires.

Une conclusion en termes de délai a pu être fournie pour 59 substances, dont 23 substances avec un délai de consensus ≥ 3 jours (délai opérationnel du rapport Aquaref stabilité [1], notamment pour le contexte DROM). C'est-à-dire qu'il y a un consensus sur les délais de conservation et pas d'incohérence entre les données.

On note également que certains laboratoires ont validé des délais plus longs (> 10 jours) pour certaines substances.

Les résultats obtenus et les difficultés rencontrées pour l'exploitation confirment le fort besoin d'harmonisation des pratiques/protocoles afin d'améliorer la comparabilité des études et de leurs conclusions. Les évolutions normatives en cours, françaises et internationales devraient répondre à cet objectif.

Ces données pourront alimenter les documents prescriptifs tels que les guides techniques Aquaref, les documents réglementaires nationaux, mais également la norme NF EN ISO 5667-3 qui rentre en révision.

Lors des discussions avec les laboratoires participant, les perspectives évoquées ont concerné également la réalisation d'un bilan des substances particulièrement instables mais qui se retrouvent encore parfois dans des listes réglementaires ou dans des listes établies par les gestionnaires locaux. Ce bilan permettrait, en utilisant l'expérience acquise par les laboratoires, de consolider les listes de surveillance en partageant ces informations avec les donneurs d'ordre et le cas échéant proposer des pistes de travail (travaux sur stabilisation des échantillons, surveillance des produits de transformation...).

7. Bibliographie

1. **P. Moreau, J.-P. Ghestem, and B. Lepot**, "Délais de mise en analyse de paramètres surveillés dans les eaux naturelles continentales : synthèse documentaire et recommandations - version 2017 -rapport AQUAREF 2017 - BRGM/RP-68012-FR", (2017).
2. **S. Lardy-Fontan and B. Lalere**, "Lignes directrice pour la conduite et la validation d'études de stabilité des paramètres physico-chimiques dans le domaine de l'eau - rapport AQUAREF LNE 2016", (2016).
3. **P. Moreau, A. Yari, and J. P. Ghestem**, "Etude de stabilité de 46 pesticides dans des échantillons d'eau de surface - AQUAREF 2015 - BRGM/RP-64034-FR", (2015).
4. **Moreau P. and Ghestem J.P.**, "Etude de la stabilité de 11 substances pertinentes à surveiller (SPAS) dans des échantillons d'eau de surface - rapport AQUAREF 2016 - BRGM/RP-66632-FR - 54p", (2016).
5. **S. Ngo, B. Lepot, and S. Lardy-Fontan**, "Etude de la stabilité de 17 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans des échantillons d'eau de surface - rapport AQUAREF 2016 - 62p", (2016).
6. **P. Moreau and J.-P. Ghestem**, "Etude de la stabilité de sotalol, béflubutamide, Nbutylbenzènesulfonamide (NBBS) et N,N-diméthyl-N'-p-tolylsulphamide (DMST) dans des échantillons d'eau de surface. Rapport final AQUAREF 2017 - BRGM/RP-67510-FR, 40p.", (2017).
7. **P. Moreau, M. Revalor, and J. P. Ghestem**, "Etude de la stabilité de l'hydrazide maléique et du 1,2,4 triazole dans des échantillons d'eau de surface et/ou souterraine - 2018- Rapport final AQUAREF BRGM RP/68631-FR, 46p", (2018).

8. **A. Assoumani, J. Beaumont, J.-P. Blanquet, A. El-Masri, and S. Ngo**, "Etude de la stabilité de 4 parabènes et 7 composés perfluorés dans des échantillons d'eau de surface -Rapport AQUAREF 2018, 33p", (2018).
9. **C. Margoum, C. Guillemain, H. Biaudet, and B. Lepot**, "Stabilité des substances organiques dans les échantillons d'eau entre le prélèvement et la prise en charge analytique. Etat de l'art et exemples d'études. - Cemagref /INERIS - AQUAREF", (2011), p. 43.

Annexe 1 :

Courrier 2018 - Consultation sur les délais
de mise en analyse des échantillons d'eau

Consultation sur les délais de mise en analyse des échantillons d'eau

La fiabilité des résultats d'analyse d'échantillons d'eaux est fortement conditionnée par le délai entre l'échantillonnage et la mise en analyse. Afin de préciser les recommandations opérationnelles sur ce sujet, AQUAREF et le laboratoire d'Hydrologie de l'Anses vous propose d'initier une action commune avec les laboratoires sur les délais de mise en analyse afin de renforcer la qualité des données.

Travaux récents

Depuis 2015, AQUAREF a réalisé des études techniques et documentaires sur les délais de mise en analyse. Les paramètres ciblés par ces études sont les paramètres physico-chimiques, les micropolluants organiques et inorganiques. Dans l'objectif d'améliorer la comparabilité des résultats obtenus dans différents laboratoires, un guide, établissant des recommandations pour la réalisation d'études de stabilité [1], a notamment été publié en 2016. Ce guide sert de base de discussion dans la commission AFNOR T90Q pour l'élaboration d'un document normatif français et par la suite international.

En 2015, un premier bilan des données bibliographiques disponibles sur la stabilité d'environ 450 substances a été réalisé par AQUAREF [2]. Pour de nombreuses substances, les données bibliographiques sont incomplètes ou incohérentes et des données complémentaires sont nécessaires. Pour quelques substances, AQUAREF a réalisé des essais en laboratoires pour évaluer leur stabilité dans des eaux de surface :

- 2015 : 46 pesticides [3]
- 2016 :
 - benzotriazole, tolyltriazole, bisphénol A, caféine, carbamazépine, méthyl parabène, éthyl parabène, propyl parabène, triclosan, triclocarban, paracétamol [4]
 - 17 HAP [5]
- 2017 : NBBS, DMST, sotalol, béflubutamide

Dans le cadre de l'instruction des demandes d'agrément, le laboratoire d'Hydrologie de Nancy de l'Anses a identifié des pesticides présentant une forte instabilité qui ne devraient pas être recherchés dans le cadre du contrôle sanitaire. Une première liste, consolidée avec les tests de stabilité des laboratoires, est disponible dans le référentiel d'analyse du contrôle sanitaire des eaux.

AQUAREF et l'Anses poursuivront autant que possible ces études en insistant en priorité sur les futures substances réglementées mais il sera difficile d'acquérir des données sur toutes les substances et de prendre en compte toutes les matrices concernées.

Proposition d'actions

En tant que laboratoires réalisant des analyses d'échantillons d'eau et de sédiment, vous disposez potentiellement de nombreuses données concernant la stabilité des substances en matrice. La mise en commun des données disponibles dans les laboratoires a été évoquée à différentes occasions (cadre normatif, réunion d'organismes de comparaisons interlaboratoires, réunions d'associations de laboratoires...) et semble répondre à un besoin partagé. Les principaux avantages de cette mutualisation étant :

- D'éviter la multiplication de ce type d'études dans les laboratoires
- D'atteindre rapidement un consensus scientifique partagé sur les délais de mise en analyse des échantillons
- D'établir des délais d'analyses consensuels et opposables pouvant être repris dans différents référentiels
- De diffuser les résultats dans un cadre normatif et notamment au niveau ISO pour la norme NF EN ISO 5667-3

Afin de répondre à ces enjeux, AQUAREF et l'Anses souhaitent initier ce travail de compilation de données disponibles dans vos laboratoires.

Dans un premier temps, afin de vérifier la faisabilité d'une telle action, nous souhaitons réaliser une enquête d'intention afin d'identifier les laboratoires intéressés et prêts à fournir les données de stabilité dont ils disposent. Il s'agit en effet d'une action dans laquelle vous êtes les principaux contributeurs, puisque ces sont vos données (et les métadonnées associées) qui seront exploitées.

Dans le cas où un nombre suffisant de laboratoires serait intéressé, un premier exercice de recueil de données sur une vingtaine de substances pourrait être lancé fin 2018.

Du point de vue pratique, le mode d'échange proposé pour recueillir ces données serait un échange bilatéral entre chaque laboratoire et AQUAREF/Anses. Vous aurez la possibilité d'envoyer vos données par exemple en scannant vos documents, ou bien en utilisant un formulaire qui pourrait comprendre les sections suivantes :

- Conclusion de l'étude de stabilité (durée de stabilité de la substance dans l'étude considérée)
- Représentation graphique des données si possible
- Métadonnées :
 - Type et nombre d'échantillons utilisés (ER, ESO, ESU...) et, si possible, informations sur la composition des échantillons
 - Fraction étudiée (dissoute, brute)
 - Eventuel agent de conservation
 - Nature du flaconnage
 - Température
 - Niveau de concentration et information sur le dopage (échantillon dopé ou naturel),
 - Nombre de pas de temps, de réplicats, et autres informations sur le plan d'essai
 - Méthode de mesure : principe et, si possible, données de caractérisation (fidélité, limite de quantification, incertitude par exemple).

- Critère pour conclure (perte de x % après une certaine durée, approche norme NF EN ISO 5667-3, ...)
- Essais réalisés dans le cadre d'une accréditation.

Nous attirons votre attention sur l'importance des métadonnées dans ce travail. Elles sont indispensables pour la comparabilité des données provenant de différentes sources. En particulier, si des informations uniquement sur les conclusions sont transmises, elles ne pourront pas être utilisées seules. Elles pourront être utilisées pour conforter des informations provenant d'études plus complètes.

Après chaque exploitation par AQUAREF/Anses des données sur un jeu de substances, une phase de consultation des laboratoires sur les conclusions proposées sera prévue. La forme de ces échanges sera définie ultérieurement (groupe de travail, consultation documentaire...).

Afin d'identifier les laboratoires volontaires pour participer à cette action, nous vous proposons de répondre à l'enquête en cliquant sur le lien ci-dessous avant le 28 Septembre :

https://hydrologie.anses.fr/Enquete_Aquaref

Contacts :

p.moreau@brgm.fr

christophe.rosin@anses.fr

Bibliographie

1. **S. Lardy-Fontan and B. Lalere**, "Lignes directrice pour la conduite et la validation d'études de stabilité des paramètres physico-chimiques dans le domaine de l'eau - rapport AQUAREF LNE 2016", (2016).
2. **P. Moreau, J. P. Ghestem, B. Lepot, and F. Botta**, "Délais de mise en analyse de paramètres surveillés dans les eaux naturelles continentales : synthèse documentaire et premières recommandations opérationnelles - AQUAREF 2015 - BRGM/RP-65507-FR", (2015).
3. **P. Moreau, A. Yari, and J. P. Ghestem**, "Etude de stabilité de 46 pesticides dans des échantillons d'eau de surface - AQUAREF 2015 - BRGM/RP-64034-FR", (2015).
4. **Moreau P. and Ghestem J.P.**, "Etude de la stabilité de 11 substances pertinentes à surveiller (SPAS) dans des échantillons d'eau de surface - rapport AQUAREF 2016 - BRGM/RP-66632-FR - 54p", (2016).
5. **S. Ngo, B. Lepot, and S. Lardy-Fontan**, "Etude de la stabilité de 17 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans des échantillons d'eau de surface - rapport AQUAREF 2016 - 62p", (2016).

Annexe 2 :

Courrier 2019 - Recueil de données sur
les délais de mise en analyse des
échantillons d'eau

Recueil de données sur les délais de mise en analyse des échantillons d'eau

En 2018, dans le cadre d'une enquête organisée par AQUAREF et le laboratoire d'Hydrologie de l'Anses votre laboratoire a confirmé son intention de participer à une action concernant les délais de mise en analyse des échantillons d'eau. Le courrier accompagnant l'enquête d'intention réalisée en 2018 vous est redonné en pièce jointe pour rappel. Le but de ce travail est de préciser les recommandations opérationnelles sur ce sujet par la mise en commun des données disponibles dans les laboratoires.

Nous vous contactons afin de connaître les substances pour lesquelles votre laboratoire serait en capacité de fournir des données de stabilité.

Vous trouverez en pièce jointe un fichier excel contenant une liste de substances d'intérêt. Nous souhaitons que vous nous indiquiez si vous êtes prêts à transmettre les données expérimentales portant sur leur stabilité. Pour remplir ce fichier, merci d'indiquer uniquement oui/non dans la colonne D.

Nous souhaitons avoir un retour de votre part **avant le 31 décembre 2019.**

La liste envoyée correspond à une liste restreinte de substances réglementées, pour lesquelles les données de stabilité sont insuffisantes ou contradictoires. Pour plus d'informations sur la méthodologie appliquée pour effectuer la synthèse de ces données, vous pouvez consulter le rapport [1] disponible sur le site aquaref.fr.

A réception de vos réponses, AQUAREF et l'Anses prépareront une première liste de substances retenues pour laquelle les données expérimentales seront demandées (début 2020). AQUAREF et l'Anses réaliseront une exploitation des données transmises prenant en compte les protocoles mis en œuvre, les résultats... Une réunion de travail avec les laboratoires ayant fourni des données sera organisée, probablement au printemps 2020, pour finaliser les exploitations. Le bilan de ces travaux sera publié courant 2020 à travers un rapport Aquaref –Anses.

Il est important de rappeler que pour ce travail, ce sont des données expérimentales, acquises dans votre laboratoire qui sont demandées et non des données issues de la bibliographie.

Nous vous remercions de votre participation à cette action. Une fois le fichier excel renseigné, nous vous remercions de l'envoyer à :

enquete-stabilite@brgm.fr

Bibliographie

1. **P. Moreau, J.-P. Ghestem, and B. Lepot**, "Délais de mise en analyse de paramètres surveillés dans les eaux naturelles continentales : synthèse documentaire et recommandations - version 2017 - rapport AQUAREF 2017 - BRGM/RP-68012-FR", (2017).

Annexe 3 :

Support de présentation des résultats
pour la réunion de restitution auprès des
laboratoires - 12 mars 2021

Délais de conservation avant analyse des échantillons d'eau

Restitution de l'enquête Aquaref-ANSES
auprès des laboratoires participants

P. Moreau, J.P. Ghestem (BRGM) , S. Lardy-Fontan (LNE), C. Rosin (ANSES)

1. Introduction –Contexte
2. Déroulement et méthode de l'enquête
3. Protocoles des études de stabilité, données prises en compte dans l'étude
4. Méthode de traitement des résultats
5. Exploitation des résultats
6. Conclusion

1 - Introduction - Contexte

☐ Stabilité des substances

- Enjeu important sur la qualité des données
- Interface échantillonnage / laboratoire d'analyse - contraintes logistiques fortes
- Intérêt/sensibilité croissante pour cette problématique
 - Initiatives, essais spécifiques des OCIL pour progresser sur cette question
 - Normalisation
 - Document normatif AFNOR en préparation et « déclinaison » au niveau ISO
 - Révision à venir de la norme NF EN ISO 5667-3
 - Contexte DROM
 - Nombreux échantillons transférés en métropole
 - Délais typiques de 48/72h au minimum
 - Quelles exigences ? Besoin d'harmoniser les exigences DROM/Métropole
- Pertinence de certaines substances dans les listes de surveillance du fait de leur instabilité ?
 - Surveillance de métabolites à privilégier pour les substances les plus instables ?
 - Surveillance des composés parents et de leurs produits de transformations ?
 - Difficultés de faire accréditer des molécules présentant une forte instabilité

- La stabilité des substances et délai de mise en analyse (DMA)
 - Problématique complexe (fonction de nombreux paramètres, essais longs et coûteux)
 - Données disponibles souvent peu nombreuses, incomplètes, parfois incohérentes
 - Matrices testées et leurs caractéristiques physicochimiques
 - Protocoles
 - Critères d'évaluation de l'instabilité
 - Délais dans les normes
 - NF EN ISO 5667-3
 - souvent fixés comme « pire cas », ou « précautions » (notamment si applicable ED et ER)
 - parfois absents
 - Parfois contradictoires entre les normes analytiques
 - Acquisition de nombreuses données dans les laboratoires

 Peut on **progresser collectivement** par du partage d'information ?

Exemples de travaux Aquaref concernant la stabilité des substances

- ❑ **Axe 1** / Préciser les **recommandations** relatives au conditionnement et au transport des échantillons d'eau
 - **Synthèse documentaire et normative** sur les données de stabilité et DMA
 - Environ 450 substances dont 140 pour lesquelles une recommandation a pu être émise
 - Principalement avec un objectif DROM (délais de 3 jours pris comme référence)
- ❑ **Axe 2** / Rédaction d'un **guide méthodologique** pour l'harmonisation des pratiques dans les laboratoires pour la réalisation et l'interprétation des études de stabilité
 - Base pour la préparation du document normatif AFNOR (T90-240)
- ❑ **Axe 3** / Etudes de **stabilité au laboratoire**
 - Contribuer aux recommandations Aquaref (1) et à l'élaboration du guide méthodologique (2)
 - Répondre à des demandes particulières des gestionnaires (AE/OE)
 - Plusieurs facteurs testés: matrice, température, concentration...
 - Essentiellement sur des micropolluants organiques

- Axe 1 : veille normative et documentaire
- Disponible en ligne sur Aquaref.fr

AQUAREF  Reconnu par un tiers agréé

Délais de mise en analyse de paramètres surveillés dans les eaux naturelles continentales : synthèse documentaire et recommandations
Version 2017

P. Moreau, J.P. Ghestem, B. Lepot

Mai 2018

Document final
En partenariat avec

MADE IN COOPERATION WITH
AGENCE FRANÇAISE
POUR LA BIODIVERSITÉ
ÉTABLISSEMENT PUBLIC DE L'ÉTAT

MINISTÈRE
DE LA TRANSITION
ÉCOLOGIQUE
ET NÉCESSAIRE

libellé paramètre	code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nb type sources	Nb doc	IST	ICT	Conclusion	recommandation	argument	stabilisant
Alachlore	1101	Acétamides et métabolites	5	5	3	5	stable	DMA 3 jrs ok	conforme conclusion	
Acide monochloroacétique	1465	Acides carboxyliques	1	1	1	0.5	Données à rechercher			
Acide fenofibrique	5369	Acides carboxyliques	2	2	0	2	confirmation nécessaire			
Antraquinone	2013	Aldéhydes et cétones	4	4	4	4	stable	DMA 3 jrs ok	conforme conclusion	
Cyanures libres	1084	Autres éléments minéraux	1	1	1	1	confirmation nécessaire => stable	DMA 3 jrs SI STABILISATION	norme d'analyse	NaOH (pH>12)
Hydrogénocarbonates	1327	Autres éléments minéraux	1	1	-1	1	confirmation nécessaire => non stable	Analyses Immédiates	norme d'analyse	
Carbonates	1328	Autres éléments minéraux	1	1	-1	1	confirmation nécessaire => non stable	Analyses Immédiates	norme d'analyse	
Ethylbenzène	1497	Benzène et dérivés	2	3	1	1.5	confirmation nécessaire	Analyses immédiates	norme d'analyse sans stabilisant	
Mésitylène	1509	Benzène et dérivés	1	1	1	1	confirmation nécessaire => stable	Analyses immédiates	norme d'analyse sans stabilisant	
Cuivre	1392	Metaux et métalloïdes	2	2	2	1.5	confirmation nécessaire => stable	DMA 3 jrs SI STABILISATION	norme 5667-3	*filtration sur site *remplissage à ras bord (sauf si acidification sur site) * acidification (HNO3) au plus tard le lendemain de l'échantillonnage



Besoin d'acquérir des données pour les substances « confirmation nécessaire » et « données à rechercher »

Substances principalement **ciblées** pour l'enquête

Axe 3 : Etudes de stabilité au laboratoire (Aquaref)

- 2015: 46 pesticides
- 2016: 2 études :
 - | 11 SPAS
 - | 17 HAP
- 2017: sotalol, béflubutamide, N-butylbenzènesulfonamide (NBBS) et N,Ndiméthyl- N'-p-tolylsulphamide (DMST)
- 2018: 2 études :
 - | hydrazide maléique et 1,2,4-triazole
 - | 4 parabènes et 7 composés perfluorés
- Utilisations des résultats de ces études pour mettre à jour la synthèse documentaire (**axe 1**)
- Mais toujours des **données manquantes**
 - => Enquête menée auprès des laboratoires, pour acquérir des données complémentaires



2 – Déroulement et méthode de l'enquête

- Action commune Aquaref / ANSES de réalisation d'une enquête auprès des laboratoires
 - Pour mettre en commun les données de stabilité disponibles
 - Progresser dans la définition des exigences techniques sur les DMA
 - Disposer de données consolidées pour être force de proposition à la normalisation

Les étapes

1. Enquête d'intention auprès des laboratoires pour identifier les laboratoires prêts à partager leurs données de stabilité – env. 20 laboratoires prêts à partager leurs données
2. Envoi d'une 1^{ère} liste (128) pour identifier les substances pour lesquelles les laboratoires volontaires disposent de données
3. Sur la base des réponses des laboratoires volontaires, recueil des données de stabilité pour 89 substances (pour lesquelles au moins 3 laboratoires disposent de données) – 8 laboratoires sollicités
4. Compilation des résultats. Demandes complémentaires lorsque nécessaire
5. Restitution des résultats auprès des laboratoires

Questions posées

- Délai de stabilité (en jours)
- Critère de décision associé (ex : perte de moins de 20%, perte inférieure à l'incertitude de mesure, ...)
- Matrice(s) utilisée(s) pour l'étude (ex : ESU, ESO, EDCH, Eau embouteillée, ...)
- Condition de mise en œuvre (ex : concentration de dopage, nombre de répétition,...)
- Conditions de stockage (ex : température, flaconnage)
- Prétraitement éventuel (ex : filtration, ajout d'étalon interne à réception, ajout de stabilisant, ...)

3 – Protocoles des études de stabilité, données prises en compte dans l'étude

- Délai de stabilité validé (en jours)
 - | Question complémentaire posée : durée totale de l'étude
 - | Les délais et les études vont de 1 à 30 jours
 - | Certains laboratoires ont travaillé avec des délais très courts (1 ou 2 jours)

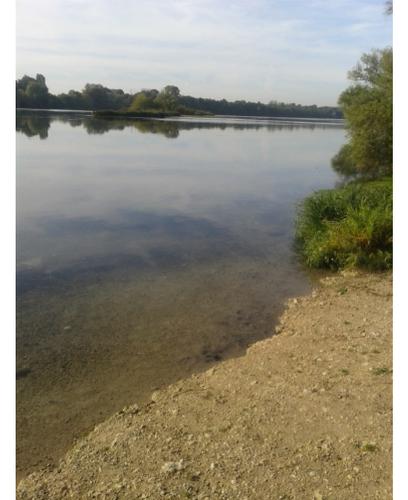
- Critère de décision associé (ex : perte de moins de 20%, perte inférieure à l'incertitude de mesure, ...)
 - | Comme prévu, critères très variables entre laboratoires
 - Soit critère uniforme quelle que soit la substance (ex : 30%)
 - Soit critère variable (incertitude, CV des cartes de contrôle, ...) : de 5 à 57%
 - | Pas de traitement des résultats en fonction des critères (tous critères confondus)
 - Trop complexe à ce stade
 - Utilisé au cas par cas comme pour essayer de lever certaines incohérences
 - Renvoie au besoin d'harmonisation des protocoles et critères de décision.

■ Matrice(s) utilisée(s) pour l'étude

| Types variés

- ESU
- ESO
- EDCH
- Eau embouteillée

Toutes ces matrices ont
été prises en compte
dans l'exploitation



- | Lorsque un seul délai est mentionné pour plusieurs matrices, est ce le plus pénalisant?
- | 1 laboratoire a fourni des données Eau résiduaire, qui n'ont pas été prises en compte
- | 1 laboratoire a fourni des données en solvant, qui n'ont pas été prises en compte

- Conditions de mise en œuvre (ex : concentration de dopage, nombre de répétition,...)
 - | Concentrations variables : qq dizaines de ng/L à qq µg/L (quelques incertitudes dans les données fournies : concentration en eau ou en solvant?)
 - | De 1 à 5 niveaux de concentration
 - | Répétitions de 2 à 3.
 - | Toutes ces conditions ont été prises en compte

- Conditions de stockage (ex : température, flaconnage)
 - | Stockage à 4°C ou congélation dans certains cas.
 - | Seuls les stockages à 4°C ont été pris en compte

- Prétraitement éventuel (ex : filtration, ajout d'étalon interne à réception, ajout de stabilisant, ...)
 - | Pratiques diverses encore sur ce point.
 - | Souvent ajout de thiosulfate par défaut, données prises en compte
 - | Parfois autres stabilisants utilisés : résultats non pris en compte mais information tracée
 - | Utilisation d'étalons internes
 - A quelle étape sont ils ajoutés ?
 - Sont-ils utilisés pour compenser les phénomènes d'instabilité ?
 - Les données obtenues avec étalons internes ont été prises en compte

4 – Méthode de traitement des résultats

- 8 laboratoires ont répondu
- Selon les substances: entre 3 et 7 délais.
- Résultats compilés
 - | Nombre de réponses pour la substance considérée
 - | Délai au-delà duquel au moins un laboratoire a mis en évidence une instabilité
 - | Délai maximum validé
 - | Délai compatible avec les résultats d'au moins 4 laboratoires
 - Parfois nombre de laboratoires inférieur (mais information tracée)
- Conclusion proposée
 - Soit constat d'une incohérence dans les délais
 - Soit délai maximum compatible avec les résultats d'au moins 4 laboratoires

Nb labos	Nb substances
7	1
6	5
5	31
4	36
3	15
2	1

Paramètre	Délai validé Labo 1	Délai max - labo 1	Délai validé labo 2	Délai max - Labo 2	Délai validé Labo 3	Délai max - labo 3	Délai validé labo 4	Délai max - labo 4	Délai validé labo 5	Délai max - labo 5	Délai validé labo 6	Délai max - labo 6	Délai validé labo 7	Délai max - labo 7	nb réponses SANS / AVEC stabilisation	Délai(s) au dela duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai max validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 4 laboratoires	Conclusion: délai min / incohérence
Quinoxifène	30	30					2	2	10	10	14	14	24	24	5		30	10	10
Dichlobenil	30	30							10	10	14	14			3		30	10 (3 labos)	10 (3 labos)
Azinphos éthyl	30	30					1	2	7	10	14	14	21	21	5	1 et 7	30	7	Incohérence
Fluquinconazole	3	3	14	21					5	5	14	14			3 / 1	14	14	3 (3 labos)	3 (3 labos)

Exemples :

- | Au moins 4 délais et pas d'instabilité => cas le plus simple, cohérence entre les résultats (ex quinoxifène)
- | Moins de 4 délais, mais et pas d'instabilité => délai donné pour x labos, avec information entre parenthèse (ex dichlobenil)
- | Instabilité identifiée par au moins 1 labo, et incohérence entre les résultats (ex azinphos ethyl)
- | Instabilité identifiée par au moins 1 labo, mais cohérence des données (ex fluquinconazole)

5 – Exploitation des résultats



89 substances ciblées

- **47 substances** pour lesquelles une conclusion en termes de délai a pu être fournie (consensus sur les délais, **pas d'incohérence**)
 - | 27 substances pour lesquelles la règle des 4 laboratoires est appliquée
 - Dont **20 substances avec un délai ≥ 3 jours** (délai opérationnel du rapport Aquaref stabilité, notamment pour le contexte DROM)
 - | 20 substances pour lesquelles le délai de consensus est obtenu avec moins de 4 laboratoires
- **42 substances** pour lesquelles il y a des **incohérences**
- Pas de substance pour laquelle tous les labos identifient une instabilité (consensus vers une instabilité)

Substances pour lesquelles il n'y a pas d'incohérences (47)



Paramètre	Code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nb réponses SANS / AVEC stabilisation	Délai(s) au delà duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai max validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 4 laboratoires	Conclusion: délai min / incohérence
Cymoxanil	1139	Acétamides et	1 / 1		14	14 (1 labo)	14 (1 labo)
Acide fenofibrique	5369	Acides carboxyliques	4	18	18	3	3
Oxadixyl	1666	Amides (hors	5 / 1		24	3	3
Triclosan	5430	Autres phénols	3	18	18	3 (3 labos)	3 (3 labos)
Mercaptodiméthur	1510	Carbamates et thiocarbamate	4 / 2		24	2	2
Carbaryl	1463	Carbamates et	3 / 1		24	14 (3 labos)	14 (3 labos)
Carbamazépine époxyde	6725	Carbamates et thiocarbamate	3	18	18	9 (3 labos)	9 (3 labos)
Bromoxynil	1125	Divers (autres	4 / 1		31	14	14
Ioxynil	1205	Divers (autres	4 / 1		31	14	14
Quinoxifène	2028	Divers (autres	5		30	10	10
Prochloraz	1253	Divers (autres	4 / 1		24	3	3
Imidaclopride	1877	Divers (autres	4 / 1		24	3	3
Méthylparabène	6695	Divers (autres	4	16	16	3	3
Cyclophosphamide	6733	Divers (autres	3	18	18	9 (3 labos)	9 (3 labos)
Fenpropidine	1700	Divers (autres	2 / 2		24	14 (2 labos)	14 (2 labos)
Trinexapac-	2096	Divers (autres	2 / 2		21	14 (2 labos)	14 (2 labos)
Paracétamol	5354	Divers (autres	3	18	18	9 (3 labos)	9 (3 labos)
Oxazépine	5375	Divers (autres	3	18	18	9 (3 labos)	9 (3 labos)
Thiaméthoxam	6390	Divers (autres	3	14	14	3 (3 labos)	3 (3 labos)
Naphtalène	1517	HAP	4		30	2	2
Pyrène	1537	HAP	4		30	2	2
Fluorène	1623	HAP	4		30	2	2
DDD 44'	1144	Organochlorés	5		30	10	10
DDT 24'	1147	Organochlorés	5		30	9	9
Endosulfan	1178	Organochlorés	5	14	14	10	10

Substances pour lesquelles il n'y a pas d'incohérences (47)



Paramètre	Code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nb réponses SANS / AVEC stabilisation	Délai(s) au delà duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai max validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 4 laboratoires	Conclusion: délai min / incohérence
Hexachlorocyclohexane alpha	1200	Organochlorés	5		30	10	10
Hexachlorocyclohexane bêta	1201	Organochlorés	5		30	10	10
Hexachlorocyclohexane delta	1202	Organochlorés	5		30	10	10
Hexachlorocyclohexane	1203	Organochlorés	5		30	10	10
Heptachlore	1748	Organochlorés	5		30	10	10
DDT 44'	1148	Organochlorés	5		30	9	9
Dicofol	1172	Organochlorés	3		30	2 (3 labos)	2 (3 labos)
Dicamba	1480	Organochlorés	3 / 1		24	14 (3 labos)	14 (3 labos)
Endosulfan sulfate	1742	Organochlorés	4		30	2	2
Dichlobenil	1679	Organochlorés	3		30	10 (3 labos)	10 (3 labos)
Endosulfan	1743	Organochlorés	3		21	10 (3 labos)	10 (3 labos)
Méthoxychlore	1511	Organochlorés	3		30	2 (3 labos)	2 (3 labos)
Chlorpyriphos-méthyl	1540	Organophosphorés	4		14	2	2
Ométhoate	1230	Organophosph	2 / 2	14	14	14 (2 labos)	14 (2 labos)
Mévinphos	1226	Organophosph	4		10	2	2
Méthidathion	1217	Organophosph	2 / 1		10	7 (2 labos)	7 (2 labos)
Propazine	1256	Triazines et	7		24	10	10
Propiconazole	1257	Triazines et	5		24	10	10
Métamitrone	1215	Triazines et	3 / 1		24	3 (3 labos)	3 (3 labos)
Fluquinconazole	2056	Triazines et	3 / 1	14	14	3 (3 labos)	3 (3 labos)
Difénoconazole	1905	Triazoles et	2 / 1		14	10 (2 labos)	10 (2 labos)
Nicosulfuron	1882	Urées	5 / 1		24	12	12

Paramètre	Code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nb réponses SANS / AVEC stabilisation	Délai(s) au delà duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai max validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 4 laboratoires	Conclusion: délai min / incohérence
Benzo(a)anthra	1082	HAP	4	1 et 7	15	1	Incohérence
Benzo(a)pyrène	1115	HAP	4	1 et 7	15	1	Incohérence
Benzo(b)fluora	1116	HAP	4	1 et 7	15	1	Incohérence
Benzo(k)fluora	1117	HAP	4	1 et 7	15	1	Incohérence
Benzo(g,h,i)pér	1118	HAP	4	1	30	1	Incohérence
Fluoranthène	1191	HAP	4	1	30	1	Incohérence
Indéno(1,2,3-cd)pyrène	1204	HAP (Hydrocarbure)	4	1 et 14	15	1	Incohérence
Acénaphène	1453	HAP	4	1	30	1	Incohérence
Anthracène	1458	HAP	4	1 et 3	15	1	Incohérence
Chrysène	1476	HAP	4	1	30	1	Incohérence
Naphtalène	1517	HAP	4		30	2	2
Phénanthrène	1524	HAP	4	1 et 7	30	1	Incohérence
Pyrène	1537	HAP	4		30	2	2
Méthyl-2-Naphtalène	1618	HAP (Hydrocarbure)	4	14	15	2	Incohérence
Méthyl-2-Fluoranthène	1619	HAP (Hydrocarbure)	4	1 et 7	30	1	Incohérence
Dibenzo(a,h)anthracène	1621	HAP (Hydrocarbure)	4	1	30	1	Incohérence
Acénaphthylène	1622	HAP	4	1 et 14	15	1	Incohérence
Fluorène	1623	HAP	4		30	2	2

- Incohérences entre données pour 15/18 substances de cette famille
- Des instabilités à délais très court identifiées
- Délai consensus à **1 ou 2 jours** contre délai max à **10 à 30 jours!!!**
- Ne semble pas directement lié à la valeur chiffrée du critère.
- D'autres paramètres peuvent avoir un impact :
 - | Matrice
 - | Dégradation versus sorption
 - | Méthode d'extraction
- NF EN ISO 5667-3 : 7 jours (pratique recommandée) sauf naphtalène : 4 jours (pratique validée)

Substances pour lesquelles des incohérences ont été identifiées (hors HAP, 27 substances)

Paramètre	Code SANDRE	Famille chimique SANDRE	nb réponses SANS / AVEC stabilisation	Délai(s) au delà duquel une instabilité a été mise en évidence	Délai max validé	Délai compatible avec les résultats d'au moins 4 laboratoires
Iprodione	1206	Amides (hors	4	3, <3 et 14	14	<3
Benalaxyl	1687	Amides (hors	5	14	24	3
Pentachlorophé- nol	1235	Autres phénols	5 / 1	7	31	7
Pentachloroben- zène	1888	Chlorobenzène et mono-	5	5 et 14	14	5
Tetrachloroben- zène-1,2,4,5	1631	Chlorobenzène et mono-	5	7	21	7
1,2,3,4- Tetrachloroben- zène	2010	Chlorobenzène et mono- aromatiques	4	7	30	2
Chlorothalonil	1473	Divers (autres	5	0, 2 et 14	21	2
Isoxaflutole	1945	Divers (autres	3 / 1	14	24	14 (3 labos)
Krésoxim-	1950	Divers (autres	4 / 1	14,14	24	14
Ethylparaben	6644	Divers (autres organiques)	4	7, 16 et "résultats aléatoires"	16	non déterminé
Procymidone	1664	Divers (autres	3	1, 7 et 14	14	1 (3 labos)
Aldrine	1103	Organochlorés	5	5	30	5
DDE 44'	1146	Organochlorés	5	3 et 14	14	3
Dieldrine	1173	Organochlorés	5	5	30	5
Endosulfan	1179	Organochlorés	5	1 et 7	14	7
Endrine	1181	Organochlorés	5	1	30	9
Heptachlore	1197	Organochlorés	5	7	30	7
Hexachloroben	1199	Organochlorés	5	1 et 7	30	7
Isodrine	1207	Organochlorés	5	7	30	7
Azinphos éthyl	1110	Organophosph	5	1 et 7	30	7
Malathion	1210	Organophosph	6	7 et 14	21	10
Pyrimiphos- méthyl	1261	Organophosph orés	3	3	30	3 (3 labos)
Cyperméthrine	1140	Pyréthroïdes	4	3 et 14	14	2
Deltaméthrine	1149	Pyréthroïdes	5	3 et 14	21	3
Lambda-	1094	Pyréthroïdes	3	3 et 14	14	2 (3 labos)
Rimsulfuron	1892	Urées	4 / 1	10	21	3
Flazasulfuron	1939	Urées	3 / 1	6	21	3 (3 labos)

- *Un grand merci à tous les laboratoires participants pour le temps passé et pour les données fournies*
- *Nos excuses pour l'étalement dans le temps de cette action (difficultés diverses...)*
- Ce travail était une première tentative de mettre en commun des données de stabilité dans un objectif de progresser plus rapidement sur la définition d'exigences réglementaires, normatives et d'harmoniser les pratiques des laboratoires
 - | Substances pour lesquelles les données de stabilité sont manquantes/incohérentes
- Les résultats confirment le fort besoin d'harmonisation des pratiques/protocoles afin d'améliorer la comparabilité des études et de leurs conclusions
- Des protocoles harmonisés sont indispensables pour d'éventuels futurs exercices de ce type.

- **Etude sur 89 substances**
- Des incohérences entre les résultats des différents laboratoires (donc sur les pratiques internes) ont été constatées
 - | pour 42 substances
 - | Elles peuvent venir des protocoles (matrices, méthodes d'extraction) ou du traitement des données (critère)
- 47 substances pour lesquelles une conclusion en termes de délai a pu être fournie (consensus sur les délais, pas d'incohérence)
 - | 27 substances pour lesquelles la règle des 4 laboratoires est appliquée
 - | 20 substances avec un délai ≥ 3 jours
- Certains délais plutôt longs validés

- Rédaction d'une note Aquaref/Anses sur la base de cette présentation
 - | Objectifs
 - | Méthodologie
 - | Résultats anonymisés
 - | Note publique
- Noms des laboratoires comme contributeurs à ce travail?
- Utilisation de ces données
 - | Pour la révision de la norme 5667-3 ?
 - | Pour la mise à jour des données compilées sur les délais de mise en analyse
 - | Mise à disposition du Cofrac, des donneurs d'ordre

- Travail en évolution
- Suite à la diffusion de la note et réaction d'autres laboratoires : possibilité de compléter les données
- Exploitation plus approfondie des incohérences
- Questionnaire sur d'autres substances
- Perspective d'une démarche pérenne



Merci de votre attention !

Avez-vous des questions ?