

Contribution des Organismes de Comparaisons Interlaboratoires dans le programme AQUAREF 2016-2018

Béatrice LALERE et Sophie LARDY-FONTAN

Février 2019

Note de synthèse

Avec le soutien de :
**AGENCE FRANÇAISE
POUR LA BIODIVERSITÉ**
ÉTABLISSEMENT PUBLIC DE L'ÉTAT



Contexte de programmation et de réalisation

Cette synthèse a été réalisée dans le cadre du programme scientifique et technique AQUAREF pour l'année 2018, dans le cadre du thème « E » « Garantir la qualité des données bancarisées ».

Auteur (s) :

Béatrice LALERE
LNE
beatrice.lalere@lne.fr

Sophie LARDY-FONTAN
LNE
Sophie.lardy-fontan@lne.fr

Approbateur :
Sophie VASLIN-REIMANN
LNE
sophie.vaslin-reimann@lne.fr

Vérification du document :

Benedicte LEPOT
INERIS
benedicte.lepot@ineris.fr

Les correspondants

AFB : Gaëlle Deronzier, gaelle.deronzier@afbiodiversite.fr
Nicolas Gaury, nicolas.gaury@afbiodiversite.fr

LNE: Sophie Vaslin-Reimann. sophie.vaslin-reimann@lne.fr

Référence du document : Béatrice LALERE - Synthèse de la contribution des Organismes de Comparaisons d'essais Inter Laboratoires dans le programme AQUAREF 2016-2018 - Rapport AQUAREF 2018 - 10 p

Droits d'usage :	<i>Accès libre</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>

1. Introduction

L'amélioration continue de la qualité des données de la surveillance, incluant l'appui au SIE est la première des missions historiques d'Aquaref et plus particulièrement du thème « E » « Garantir la qualité des données bancarisées ». Un programme d'actions, organisé selon le rôle joué par chaque acteur (donneurs d'ordre et laboratoires prestataires) dans la production et l'exploitation des données, permanent vise à fournir les soutiens techniques pour y parvenir.

L'Arrêté du 27 octobre 2011 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 précise « *Un laboratoire est agréé pour réaliser une analyse d'un paramètre mentionné en annexe I du présent arrêté s'il respecte les conditions suivantes [...] 5° Participer, au moins deux fois par an, pour la méthode d'analyse appliquée à des essais interlaboratoires réalisés en France ou dans un autre Etat membre de l'Union européenne incluant l'analyse du paramètre dans la matrice concernée, dont une fois au moins à un essai dont la concentration du paramètre n'excèdera pas quinze fois la limite de quantification définie à l'annexe I du présent arrêté :*

- *lorsque les essais existent et sont réalisés par des organisateurs d'essais interlaboratoires accrédités par une instance d'accréditation et répondant aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17043 ;*
- *dans les autres cas, par des organismes reconnus pour leur compétence dans le domaine concerné et répondant aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17043 ».*

Les Organismes de Comparaisons Inter Laboratoires (OCILs) sont donc des acteurs clés à la mise en œuvre pérenne et crédible du dispositif d'agrément. Ainsi, depuis sa création, AQUAREF organise des réunions annuelles avec les OCILs, en présence de la DEB et de l'AFB, afin d'échanger sur les évolutions réglementaires, de recueillir leurs besoins, de les informer sur les actions AQUAREF notamment les actions visant à organiser des CIL pour des substances orphelines ou des méthodes et d'échanger sur leur transfert. En outre, lorsque que cela est possible, ces CIL sont réalisées en collaboration avec les OCILs.

En 2018, il n'a pas été jugé pertinent d'organiser la réunion annuelle OCILs/AQUAREF pour les raisons suivantes :

- Inertie des évolutions réglementaires notamment publication du nouvel avis LQ, révision de l'arrête agrément,
- Délai dans la réalisation de certaines actions techniques AQUAREF dont une des finalités est une information/transfert aux OCILs,
- Organisation d'un Workshop thématique « Essais d'aptitude pour la matrice biote : harmonisation des pratiques pour des essais adaptés aux contextes réglementaires environnementaux et sanitaires » (action E1h-2 du programme),
- Sur-sollicitation des OCILs au travers d'actions spécifiques portées par les différents thèmes du programme AQUAREF.

Cette note de synthèse présente les différentes actions « Chimie » réalisées avec les OCILs au cours du cycle de programmation AQUAREF 2016-2018.

2. Contributions des OCILs aux actions du Thème C « Améliorer les opérations d'échantillonnage »

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

Aquaref a organisé depuis 2008 des essais collaboratifs sur l'échantillonnage et les mesures physico-chimiques sur site dans différents milieux de surveillance (eaux de surface, eaux résiduaires, eaux souterraines plan d'eau, sédiments, DOM). Ces essais ont permis de mieux

connaître les pratiques des préleveurs et d'approcher l'impact de ces pratiques sur les données de surveillance. En parallèle quelques initiatives hors Aquaref existent concernant des essais d'aptitude sur les mesures physico chimiques sur site (ARSATESE). De plus, des circuits de comparaisons inter laboratoires (CILs) « mesures physico-chimiques » ont également été développés par les organisateurs BIPEA et AGLAE mais ces comparaisons sont réalisées en conditions contrôlées (ces essais n'évaluent pas le préleveur en situation de routine). Dans le domaine de l'analyse, l'aptitude des laboratoires est évaluée très fréquemment à travers l'organisation de CILs d'aptitude.

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

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

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

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

Sur 2018, AQUAREF, en tant qu'appui technique, a accompagné les OCIL français (BIPEA et AGLAE) sur 4 essais d'aptitude « mesures in situ et échantillonnage eau ». Ces essais maintenant au programme des organisateurs de CILs sont ouverts à tout organisme de prélèvement. Le rôle d'AQUAREF lors de ces essais est i) de vérifier l'homogénéité et la stabilité de chaque site afin de ne pas attribuer une variation du milieu aux participants, ii) de prioriser l'ordre de passage des participants au regard des techniques d'échantillonnage qu'ils souhaitent mettre en œuvre, iii) de répondre aux questionnements des participants/OCILs...

Trois CILs ont été organisées conjointement par AQUAREF/AGLAE (Nord, Oise et Lyon) et ont rassemblé une dizaine de participants d'origine différente (organismes privés, publics, français, étrangers). Les opérateurs sont intervenus sur 3 sites différents (eaux de baignade, deux cours d'eau avec techniques d'échantillonnage ou de mesure différentes ou 1 cours d'eau et 1 station d'épuration). Les essais ont été planifiés et optimisés sur une ½ journée.

Une CIL a été organisé conjointement par AQUAREF /BIPEA. Il s'agissait de la première CILs de BIPEA. Elle s'est déroulée autour d'Orléans et a rassemblé une dizaine d'organismes de prélèvement. Les opérateurs sont intervenus sur 3 sites et ont été évalués sur les opérations d'échantillonnage et de mesures in situ sur une eau de baignade et deux cours d'eau de

composition chimique et de taille différentes. Elle a regroupé une dizaine d'organismes de prélèvement.

Les deux OCILs ont bien pris en main progressivement ce type de CIL qui exige une organisation et un montage différents de ce qu'ils mettent en œuvre habituellement.

En parallèle, la recherche d'ensemble de sites s'est poursuivie sur la région de Bordeaux en août 2018 et sur l'Est de la France en Février 2019.

3. Contributions des OCILs aux actions du Thème E «Garantir la qualité des données bancarisées

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

Cette action a pour but de mettre à disposition des laboratoires d'analyse et des opérateurs en charge de l'instruction des dossiers d'agrément (AFB et auditeurs) un utilitaire à jour et validé des essais d'aptitude existants pour les couples paramètres-matrices pertinents dans le cadre de la surveillance. Cet inventaire des CIL se présente sous forme de tableau Excel réunissant les informations issues de la base EPTIS. Il permettra ainsi d'avoir un même niveau d'information pour tous les acteurs de la surveillance.

L'utilitaire est composé de trois onglets, chacun représentant une famille de matrice :

- Matrice eaux : eaux de rejets, eaux de surface, eaux souterraines, eaux marines et eaux potables / de boisson
- Matrice sédiments : sédiments marins, de rivières et continentaux
- Biotès : poissons, végétaux et mollusques.

Pour chaque micropolluant organique, inorganique ou macropolluant, sont renseignés : les codes SANDRE et CAS, la famille chimique et la catégorie auxquels le paramètre appartient au sein de la surveillance ainsi que les NQE associées (lorsqu'elles existent).

Chaque onglet contient un tableau réunissant toutes les CIL par couples paramètres/matrices organisées par des organismes accrédités, en France ou en Europe si aucun n'est disponible en France :

MATRICE EAU					
Code SANDRE	Nom molécule	N° CAS	Famille Chimique	Catégorie	NQE (AA-EQS-Inland surface waters)
1618	Méthyl-2-Naphtalène	91-57-6	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Etat chimique	
1618	Méthyl-2-Naphtalène	91-57-6	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Etat chimique	
1515	Métabromuron	3060-89-7	Urées et métabolites	Etat chimique	
1517	Naphtalène	91-20-3	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Substances prioritaires	2
1517	Naphtalène	91-20-3	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Substances prioritaires	2
1517	Naphtalène	91-20-3	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Substances prioritaires	2
1517	Naphtalène	91-20-3	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Substances prioritaires	2
2614	Nitrobenzène	98-95-3	Benzène et dérivés	SPAS	
2614	Nitrobenzène	98-95-3	Benzène et dérivés	SPAS	
2614	Nitrobenzène	98-95-3	Benzène et dérivés	SPAS	
2614	Nitrobenzène	98-95-3	Benzène et dérivés	SPAS	
1235	Pentachlorophénol	87-86-5	Autres phénols	Substances prioritaires	0,4
1235	Pentachlorophénol	87-86-5	Autres phénols	Substances prioritaires	0,4
1235	Pentachlorophénol	87-86-5	Autres phénols	Substances prioritaires	0,4
1235	Pentachlorophénol	87-86-5	Autres phénols	Substances prioritaires	0,4
1235	Pentachlorophénol	87-86-5	Autres phénols	Substances prioritaires	0,4
1235	Pentachlorophénol	87-86-5	Autres phénols	Substances prioritaires	0,4
1524	Phénanthrène	85-01-8	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Etat chimique	
1524	Phénanthrène	85-01-8	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Etat chimique	
1524	Phénanthrène	85-01-8	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Etat chimique	
1524	Phénanthrène	85-01-8	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	Etat chimique	
1489	Phtalate de diméthyle ou DMP	131-11-3	Phtalates	SPAS	
1489	Phtalate de diméthyle ou DMP	131-11-3	Phtalates	SPAS	
1382	Plomb	7439-92-1	Métaux et métalloïdes	Substances prioritaires	1,3 µg/l

Figure 1a : 1er extrait de l'utilitaire « Inventaire des CIL »

La deuxième partie du tableau donne des informations sur les CIL : matrice, pays d'origine, nom

de l'organisme, fréquence d'organisation de la CIL, site web et niveau de concentration de la CIL.

Une colonne « Compatibilité DCE » permet de vérifier si la CIL répond aux exigences définies par l'agrément en termes de niveau de concentration, à savoir : 15 x la LQ.

OCIL							
Matrice	Pays	Organisateur	Fréquence	Site web	Niveau de concentration	Compatibilité DCE (o/n)	Disponibilité CIL
ESU	France	BIPEA	6 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ER	France	BIPEA	6 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ESU	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/pesticides-et-residus-de-degradation-sur-eaux-naturelles			o
RI	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/hap-et-pcb-sur-eaux-residuaires			o
ESU	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/hap-et-pcb-sur-eaux-propres			o
ESU	France	BIPEA	6 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ER	France	BIPEA	6 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ERU	France	AGLAE	1 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/cohv-et-derivees-benzeniques-sur-eaux-residuaires-bas-niveaux-de-concentration			o
ESU	France	AGLAE	1 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/cohv-et-derivees-benzeniques-sur-eaux-propres-bas-niveaux-de-concentration			o
ESU	France	BIPEA	2 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ER	France	BIPEA	2 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ERU	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/action-3rdsde-chlorophenols-sur-eaux-residuaires			o
ESU	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/action-3rdsde-chlorophenols-sur-eaux-naturelles			o
ESU	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/action-3rdsde-chlorophenols-sur-eaux-naturelles			o
ESU	France	BIPEA	2 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ESU	France	BIPEA	6 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ER	France	BIPEA	2 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ER	France	BIPEA	6 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
RI	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/hap-et-pcb-sur-eaux-residuaires			o
ESU	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/hap-et-pcb-sur-eaux-propres			o
ESU	France	BIPEA	6 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ER	France	BIPEA	6 CIL / an	https://www.biipea.org/content/eaux			o
ERU	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/action-3rdsde-phthalates-sur-eaux-residuaires			o
ESU	France	AGLAE	2 CIL / an	http://www.association-aglae.fr/fr/essais/action-3rdsde-phthalates-sur-eaux-naturelles			o
ESU (eau propres ?)	France	AGLAE	3 CIL / an	www.association-aglae.fr			o
ESU	France	BIPEA	6 CIL / an	www.biipea.org	10-100 µg/l (1 essai < 0,225 µg/l)	o et n	o

Figure 1b : 2ème extrait de l'utilitaire « Inventaire des CIL »

Afin que cet utilitaire puisse prendre en compte l'évolution des offres des OCILS, il sera mis à jour annuellement par le LNE et disponible sur le site AQUAREF.

3.2 E1g : Évaluer la compatibilité des CIL avec les besoins des gestionnaires et de l'utilisation de la donnée (BRGM, INERIS, LNE)

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

En accord avec l'AFB, le descriptif de l'action a été précisé de la façon suivante : « Exploiter avec les OCIL, les données issues des essais inter laboratoires afin d'apporter aux gestionnaires des informations utiles pour la surveillance et évaluer la compatibilité de ces données avec les besoins des gestionnaires ».

Lors de ces travaux, AQUAREF a mené avec les OCIL une réflexion sur les informations issues des essais inter laboratoires qui paraissent les plus pertinentes pour les gestionnaires et de diffuser ces informations. Il a également été proposé de mener une réflexion sur la compatibilité des données des laboratoires français avec les besoins des gestionnaires à travers l'exploitation des informations issues des essais d'intercomparaison (en termes notamment de dispersion des résultats, d'incertitude).

L'action a démarré en 2016 par des contacts respectifs avec AGLAE et BIPEA afin de bénéficier de données disponibles de ces OCIL.

Dans le cadre de ce travail, ces incertitudes ont été estimées par les dispersions observées aux comparaisons interlaboratoires. Des données des CILs des OCILS et les traitements statistiques ou synthèses réalisés par eux ont été utilisés. La dispersion interlaboratoires a été évaluée pour plus de 150 paramètres de la surveillance réglementaire environnementale et sanitaire, au niveau de la norme de qualité, ou au niveau de concentration le plus proche de cette valeur seuil. Les données utilisées sont celles acquises entre 2007 et 2018, afin de garantir une homogénéité des

pratiques analytiques des laboratoires sur la période d'étude.

Prenant en référence les critères définis dans la directive européenne 2009/90/CE sur l'assurance et le contrôle qualité, il a été considéré dans ce travail que les paramètres pour lesquels des besoins d'harmonisation des pratiques sont nécessaires pour aboutir à une meilleure « maîtrise » des données sont ceux pour lesquels les CVR sont supérieurs à 25% au niveau de la NQ. Pour les eaux de surface, cela correspond à environ 30% des substances étudiées (soit 17 substances) : chloroalcanes, tributylétain cation, composés organochlorés (aldrine, isodrine, 4,4'-DDT...), ... Compte tenu de normes de qualité souvent plus élevées pour les eaux souterraines et les eaux destinées à la consommation humaine, ce pourcentage est plus faible pour les 2 autres types d'eau (par exemple environ 14% pour les eaux souterraines). Les paramètres correspondants sont notamment bromates, aminotriazole, chlorure de vinyle, fenpropidine, carbendazime et dichlorvos. Tous milieux confondus, les métaux ont des CVR généralement inférieurs à 15% au niveau des normes de qualité, à l'exception du cuivre et du mercure en ESU (CVR 17%).

Les livrables seront bientôt disponibles sur le site d'AQUAREF.

3.3 E1h : Organisation d'un Workshop « Essais d'aptitude pour la matrice biote : harmonisation des pratiques pour des essais adaptés aux contextes réglementaires environnementaux et sanitaires »

A la suite de la révision de la Directive 2013/39/CE, de sa transposition en droit français, la matrice biote est devenue une matrice importante des programmes de surveillance environnementaux. Elle soulève de nombreuses questions méthodologiques et techniques et notamment des questions métrologiques. Pour chaque substance ou famille de substances, la directive fixe une NQE (Norme de Qualité Environnementale) sur un biote pertinent (poisson entier ou filet, mollusques, crustacés). Chaque année, dans le cadre du dispositif de sécurisation sanitaire des aliments, la direction générale de l'alimentation (DGAL) pilote la mise en œuvre de plans de surveillance et de contrôle (PSPC). Ils visent à surveiller la contamination des productions primaires animale et végétale, des denrées alimentaires d'origine animale et de l'alimentation animale. Dans ce cadre, la surveillance de la qualité des produits de la pêche est instaurée depuis plusieurs dizaines d'années. La fiabilité de ces contrôles repose sur un réseau de laboratoires complexe (laboratoires de références européens, laboratoires de référence nationaux, laboratoires agréés réalisant les contrôles officiels et laboratoires officiant en dehors des contrôles officiels) et des exigences de moyens et de performances adaptées à ces enjeux.

Que ce soit dans le domaine de la surveillance environnementale ou sanitaire, les laboratoires en charge des contrôles doivent être accrédités selon le référentiel NF EN ISO 17025 mais également justifier d'un agrément. Ainsi, par exemple, les laboratoires doivent évaluer les performances de leurs méthodes et effectuer les validations sur des matrices représentatives. Deux moyens principaux sont disponibles pour évaluer les performances d'une méthode : l'utilisation des matériaux de référence (certifiés) à matrice en privilégiant des matrices représentatives et la participation à des comparaisons interlaboratoires (CIL) dont les essais d'aptitude (EA).

Quelle fiabilité de cette évaluation des performances méthodes selon la qualité et la représentativité des matériaux de référence utilisés que ce soit en termes de concentration ou de matrice. A l'heure actuelle, les normes qui encadrent le développement de matériaux de référence (Guide ISO 17034, guide ISO 35) ou l'organisation des essais d'aptitude (NF EN ISO/CEI 17043 et NF ISO 13528) ne fixent aucune exigence sur la représentativité des matériaux de référence (RM) ou matériaux d'essais par rapport au domaine d'application de la méthode. Seuls les critères d'homogénéité et de stabilité des matériaux sont pris en compte. De même, les réglementations ou référentiels existants (que ce soit dans le contrôle sanitaire ou environnemental) fixent peu d'exigences.

Ce workshop, regroupant 18 participants issus de laboratoires de référence français (AQUAREF, ANSES, LABERCA) organisant des CILs, des OCILs français (AGLAE et BIPEA), des laboratoires

internationaux (IRMM et IAEA) et des institutionnels (AFB et DEB), a eu pour objectif de favoriser le partage d'expériences entre les organisateurs d'essais d'aptitude sur la matrice biote, les acteurs de la surveillance environnementale et du contrôle sanitaire. Il a permis de progresser sur l'identification des bonnes pratiques et leur harmonisation notamment pour répondre aux besoins de disposer de circuits d'essais d'aptitude adaptés aux besoins des contextes réglementaires environnementaux et sanitaires.

Les principales conclusions sont les suivantes :

- Les matériaux de référence biote naturellement contaminés sont les matériaux les plus adaptés, car ils permettent de se rapprocher au plus près des échantillons rencontrés dans la routine (analyses de surveillance biote DCE ou DCSMM) mais il semble très difficile voire impossible d'en obtenir pour tous les couples paramètres/matrices ;
- Les matériaux de biote contaminés au laboratoire (in vivo) permettent d'avoir d'obtenir des matériaux également proches de ceux rencontrés en routine, mais leurs fabrication est parfois coûteuse et peut poser des problèmes éthiques.
- Les matériaux de biote dopés présentent l'avantage de fournir de matériaux dont les concentrations peuvent être précisément ciblées, et sont moins coûteux ; mais ils ne permettent pas systématiquement de pouvoir évaluer les performances de la méthode ainsi que toutes les difficultés que le chimiste analyticien est susceptible de rencontrer, en particulier pour les substances organiques, lors des étapes de préparation telles que l'extraction et des étapes de quantification (effets mélanges de composés et interactions avec la matrice).

3.4 E11 : Organisation d'une CIL sur les alkylphénols (+ bisphénol A et S) dans diverses matrices (INERIS, LNE)

L'analyse des alkylphénols et composés apparentés est historiquement reconnu comme extrêmement problématique. Bien qu'un certain nombre d'actions aient été entrepris au cours du cycle AQUAREF précédent (2013-2015) : développement de méthodes, étude de la pureté des étalons commerciaux, journées techniques (3), rédaction d'un mémo ; mais également au niveau réglementaire (DCE 2013/39/CE ; arrêté surveillance 2015, avis agrément 2015), la maîtrise de la qualité des mesures sur ces paramètres est primordiale et est à parfaire afin d'évaluer de façon pertinente et robuste l'état des masses d'eaux. En outre, des échanges avec les OCILs français confortent que, y compris pour eux, ils rencontrent des difficultés lors de l'exploitation des données restituées par les laboratoires participant à ces CIL. Voici le détail des CIL proposées au niveau national en 2017 par :

- AGLAE : CIL Alkylphénols " eaux propres" réalisée 2 fois /an

Les alkylphénols présentés sont : 4-nonylphénols [n° CAS : 84852-15-3], 4-n-nonylphénol [n° CAS : 104-40-5], 4-tert-octylphénol [n° CAS : 140-66-9], 4-tert-butylphénol [n° CAS : 98-54-4]

- BIPEA : CIL alkylphénols sur eaux superficielles et eau de rejet industrielle

Les alkylphénols présentés sont : nonylphénols (somme des isomères); 4-nonylphénols (somme des isomères)4-n-nonylphénols(somme des isomères); 4-n-octylphenol;4-(1,1,3,3,-tetraméthylbutyl)-phénol; 4-tert-octylphenolmonoethoxylate; 4-tert-octylphenol diethoxylate; 4-nonylphénolmonoéthoxylate; 4-nonylphénol diéthoxylate (somme des isomères)

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

La valeur ajoutée de cette CIL par rapport à celles organisées par les OCILs français (BIPEA et AGLAE) est :

1/ de fournir des matériaux d'assurance qualité afin d'évaluer toutes les étapes de la chaîne analytique (à savoir, fourniture d'un blanc afin de vérifier l'absence de contamination dans le processus d'analyse, fourniture d'une solution étalon afin d'évaluer l'étape finale de la chaîne de mesure (détection), fourniture d'un extrait et de plusieurs matrices eaux superficielles ayant des teneurs en MES variées).

2/ cibler les paramètres qui sont demandés dans la surveillance (Arrêté surveillance et circulaire

RSDE STEU) et notamment d'inclure le bisphénol S

3/ associer un questionnaire d'enquête afin de recueillir des informations détaillées sur les pratiques et méthodes mises en œuvre par les laboratoires

17 laboratoires ont participé à la CIL Alkylphénols organisée en février 2018. Le rapport final de la CIL a été envoyé aux participants en décembre 2018 (rapport accessible sous https://cil.ineris.fr/cil.php?Contenu=programmes_18). En parallèle, une note de synthèse est en cours de rédaction afin de mettre en évidence les pratiques des laboratoires et les actions à poursuivre pour améliorer la fiabilité de la mesure sur cette famille, actions à destination des laboratoires, des OCILs et d'AQUAREF. Ce travail constituera le socle qui sera transféré aux OCILs Français.

4. Conclusions et Perspectives

Au travers de la programmation AQUAREF 2016-2018, les interactions avec les OCIL ne sont pas cantonnées à la simple réunion annuelle d'informations. Comme le présente cette note, les interactions/collaborations techniques et scientifiques ont été nombreuses et diversifiées. Il peut être constaté que ces réalisations sont effectivement au service de l'amélioration de la qualité des données et de la gestion opérationnelle de cette dernière.

Le constat du besoin de poursuivre ces actions dans le cadre de la programmation AQUAREF future est ainsi évident.

À partir de 2019, la réunion annuelle avec les OCIL sera organisée dans le cadre du programme d'action du thème A « Recommandations, aide à la décision ».

Les évolutions futures à court et moyen terme de la surveillance et par conséquent des besoins de disposer de nouveaux types d'essais d'aptitude ou de comparaisons interlaboratoires nécessiteront des interactions fortes avec les OCILs notamment sur les sujets de la surveillance biote, la montée en puissance des Echantillonneurs intégratifs passifs, des bioessais entre autres.