

Les exigences de la DCE pour l'analyse des micropolluants

*Journée d'échanges
entre les laboratoires
prestataires, AQUAREF
et les donneurs d'ordre*

*Auteurs : A.Morin, MP Strub, M. Coquery, JP Ghestem,
J.Lachenal*

*Actes et synthèse du séminaire du
22 octobre 2009*

REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient tous les participants et en particulier les intervenants pour leur contribution lors du séminaire du 22 octobre 2009 :

R. Demoulière pour la DEB,
E. Breugnot et C. Jourdan pour l'ONEMA,
M. Coquery, JP Ghestem, MP Strub, B. Lepot et S. Lardy-Fontan pour AQUAREF.

Et enfin, un grand merci à Mesdames M. SELVE et S.WANNER pour leur témoignage de représentantes des laboratoires.



RESUMÉ

Le premier séminaire organisé par AQUAREF pour les laboratoires prestataires d'analyses a porté sur les exigences requises pour l'analyse des micropolluants pour la directive cadre sur l'eau. Il a réuni 85 participants dont 46 laboratoires et 15 donneurs d'ordre (MEEDDM, Agences de l'eau, DIREN, ONEMA), ainsi que 2 associations de laboratoires ALCESE et ASLAE.

Ce séminaire est organisé autour de 3 thèmes majeurs :

- Essais inter-laboratoires,
- Limites de quantification,
- Méthodes d'analyses et validation.

Il a été l'objet d'échanges riches et fructueux tant pour les participants que pour les organisateurs qui souhaitent de plus en plus intégrer les besoins et questionnements des laboratoires dans leurs propres réflexions afin que les programmes d'actions techniques prennent davantage en compte ces questionnements.

Le sujet sur les essais inter-laboratoires a permis de faire remonter les besoins et les inquiétudes liés aux aspects réglementaires qui se renforcent sur cette question.

Compte-tenu des échanges de la journée et des réponses au questionnaire, il est entériné qu'AQUAREF organisera d'autres journées.

- En 2010 est déjà programmée une journée sur les analyses des rejets dans le contexte de la circulaire DGPR de janvier 2009 (opération RSDE) sur les rejets.
- Un groupe de travail spécifique aux méthodes d'analyses (fiches méthodes) est envisageable dès 2010 pour une plus large participation des laboratoires pour la définition des priorités.
- Enfin, un séminaire spécifique sur les essais inter-laboratoires semble également s'imposer compte tenu de l'attente et des questions soulevées lors de la journée.

Les présentations sont téléchargeables à l'adresse suivante :

<http://www.aquaref.fr/seminaire-technique-aquaref>

TABLE DES MATIERES

1	PROGRAMME DU SEMINAIRE	5
2	INTRODUCTION.....	6
2.1	Contexte	6
2.2	Objectifs du séminaire	6
2.3	Organisation	6
2.4	Les participants	7
3	SYNTHESE DES PRESENTATIONS ET DES DISCUSSIONS	7
3.1	Présentation du contexte national	8
3.2	Les missions d'AQUAREF.....	8
3.3	Les textes réglementaires relatifs au bon état des milieux aquatiques.....	9
3.4	Essais inter-laboratoires	10
3.5	Limites de quantification (LQ).....	11
3.6	Méthodes d'analyses.....	14

1 PROGRAMME DU SEMINAIRE

10:00 Accueil par P. Duchène, CEMAGREF

Introduction par la direction de l'eau et l'ONEMA

AQUAREF dans le contexte réglementaire national

- Plan national substances: E. Duclay, MEEDDM
- Schéma national des données sur l'eau (SNDE) : C. Jourdan, ONEMA

10:25 **Les missions d'AQUAREF**

Présentation du déroulement de la journée : A. Morin, AQUAREF

10:40 **Les textes réglementaires relatifs au bon état des milieux aquatiques :**

- Substances à suivre (33+8+pertinentes) + eaux souterraines + candidates + émergentes : M. Coquery, CEMAGREF
- Directive européenne sur l'assurance qualité appliquée à la surveillance des eaux (QA/QC) : rappel des éléments essentiels, interactions avec l'agrément et évolution prévisible : JP. Ghestem, BRGM

11:05 **Essais inter-laboratoires :**

- Positionnement réglementaire, QA/QC : MP. Strub, INERIS
- Disponibilité (initiative européenne EAQC-Wise) : MP. Strub, INERIS
- Nouveautés : essais collaboratifs à vocation de démonstration - prélèvements des eaux et analyses chimiques : JP. Ghestem, BRGM et B. Lepot, INERIS
- Témoignage, utilisation, problèmes rencontrés : M. SELVE, représentante d'ASLAE
- Discussion avec la salle

14 :00 **Limites de quantification**

- Positionnement réglementaire, évolution de la normalisation française : JP Ghestem, BRGM
- Effet des limites de quantification sur l'évaluation de l'état chimique : présentation des données RCS 2007 : R. Demoulière, MEEDDM
- Comment respecter les exigences des cahiers des charges : témoignage du laboratoire CAR : S. Wanner
- Discussion avec la salle

15:15 **Méthodes d'analyses**

- Fiches méthodes AQUAREF testées en laboratoire et validation de méthode – travaux en cours AQUAREF et discussion sur les perspectives et interaction avec les laboratoires : S. Lardy-Fontan, LNE
- Discussion avec la salle sur l'application des méthodes dans les eaux chargées en Matières en suspension

15:45 **Evolutions de l'agrément**, reconnaissance préleveur et visite agrément des laboratoires : C. Jourdan / E. Breugnot, ONEMA

- Discussion avec la salle

16:15 **Substances émergentes** : M. Coquery, CEMAGREF

16:30 **Conclusion et perspective sur des journées d'échanges avec les laboratoires**

2 INTRODUCTION

2.1 Contexte

AQUAREF, Laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques, est né de la nécessité de renforcer l'expertise française dans le domaine de la surveillance des milieux aquatiques à partir de la mise en réseau des compétences et des capacités de recherche des cinq établissements publics directement concernés : BRGM, CEMAGREF, IFREMER, INERIS et LNE.

Organisé autour de 2 des axes forts de la directive cadre sur l'eau (DCE), la chimie et l'hydrobiologie, le laboratoire de référence a pour objectif d'appuyer les pouvoirs publics autour de 2 domaines au cœur de la surveillance des milieux aquatiques :

- La qualité de la donnée
- Le devenir de la surveillance des milieux aquatiques

Créé depuis mai 2007, AQUAREF a produit des livrables sur la base de son programme d'actions scientifiques et techniques, soutenu financièrement par l'ONEMA. Ces documents sont consultables sur le site internet d'AQUAREF ouvert en 2008 : <http://www.Aquaref.fr> .

Après deux années de fonctionnement, il était important d'une part, de présenter le dispositif mis en place aux laboratoires prestataires en charge des opérations d'analyse physico-chimiques au titre de la DCE et d'autre part, d'instaurer un mode de fonctionnement entre AQUAREF et les laboratoires d'analyses en charge de la surveillance des micropolluants dans les milieux aquatiques.

2.2 Objectifs du séminaire

Ce premier séminaire AQUAREF pour les laboratoires d'analyses a été organisé en vue de présenter officiellement le nouveau dispositif sur lesquels s'appuient désormais les pouvoirs publics (MEEDDEM, Agences de l'eau, DIREN, ONEMA) pour les aspects liés à la qualité de la donnée et l'anticipation de la « future » surveillance pour l'application de la DCE.

AQUAREF travaille sur ces 2 thèmes pour les méthodes de bioindication et les méthodes d'analyses chimiques. Cette journée était réservée exclusivement aux discussions autour de la chimie. De plus, seuls les aspects liés aux substances chimiques étaient visés pour cette première rencontre. Les organisateurs ont également souhaité ouvrir ce séminaire aux donneurs d'ordre (MEEDDEM, Agences de l'eau, DIREN, ONEMA), afin d'établir un dialogue sur tous les aspects qui méritent discussion.

2.3 Organisation

Le séminaire a été organisé en invitant les laboratoires agréés par le MEEDDM et les laboratoires adhérents de l'AFNOR à se préinscrire sur le site internet d'AQUAREF.

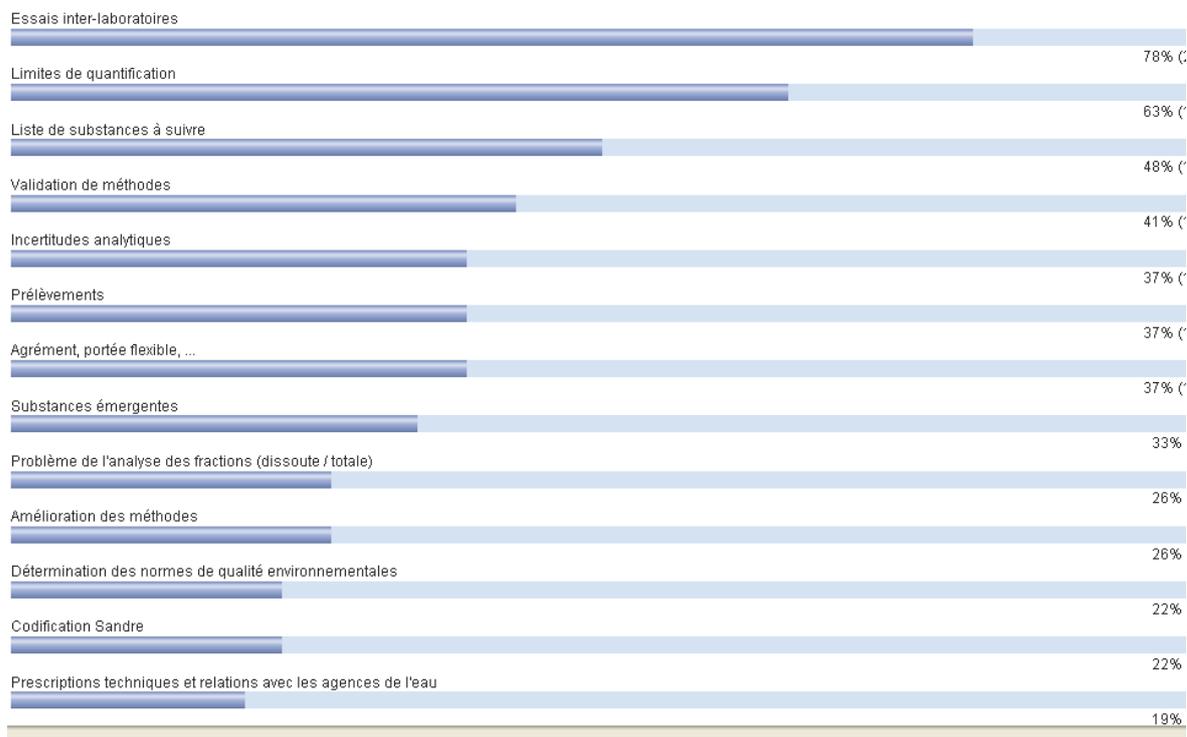
Lors de la préinscription, les laboratoires ont été sollicités par le biais du site internet pour affecter un ordre de priorité aux sujets à aborder. Le résultat de l'enquête, présenté ci-dessous, a permis de construire le programme du séminaire.

Sondage préliminaire au séminaire technique du 22/10/09

[Voir](#) [Structure](#) [Droit d'accès](#)

dans [Animation & Coordination](#)

Quels sont les thèmes techniques que **vous** souhaiteriez voir abordés en priorité lors de ce séminaire ?



Trois sessions techniques portant sur les essais inter-laboratoires, les limites de quantification et les méthodes d'analyses ont fait l'objet de présentations des travaux d'AQUAREF et ont permis chacune une discussion dans la salle.

2.4 Les participants

La Liste des participants est présentée en annexe 1.

L'inscription au séminaire a été ouverte jusqu'au 15 octobre et a permis de réunir 85 personnes dont :

- 46 laboratoires
- 15 donneurs d'ordre (MEEDDEM, Agences de l'eau, DIREN, ONEMA),
- 24 représentants d'AQUAREF.

3 SYNTHÈSE DES PRÉSENTATIONS ET DES DISCUSSIONS

Le texte ci-dessous résume les présentations et les principales discussions abordées. Les diaporama des intervenants sont disponibles sur le site internet d'AQUAREF

3.1 Présentation du contexte national

Une première présentation du projet de « *PLAN D'ACTION NATIONAL CONTRE LES POLLUTIONS DES MILIEUX AQUATIQUES PAR LES MICROPOLLUANTS* » par **Raphael Demoulière** (DEB, MEEDDM) et de ses 4 axes :

- Renforcer les actions de réduction à la source,
- Améliorer et renforcer la surveillance des milieux,
- Améliorer les connaissances scientifiques et techniques pour identifier les marges de progrès et prioriser l'action des pouvoirs publics,
- Suivre les progrès accomplis

permet de situer le positionnement d'AQUAREF au cœur du dispositif de surveillance pour la fiabilisation des données en particulier sur les axes 2 et 3.

Christian Jourdan (ONEMA) dresse ensuite les grandes lignes du schéma national des données sur l'eau (SNDE) qui va se traduire en termes réglementaires par un décret en cours de signature, suivi de plans d'actions dont l'objectif est d'organiser la mise à disposition des informations et des données sur l'eau au public le plus large. Là encore, le SNDE positionne AQUAREF pour assister l'ONEMA dans l'élaboration des règles relatives aux processus de mesures, de prélèvement et d'analyse. AQUAREF est en outre chargé d'appuyer le Sandre dans la gestion des référentiels pour les paramètres, taxons, méthodes.

3.2 Les missions d'AQUAREF

Anne Morin, coordinatrice d'AQUAREF, rappelle l'historique de la création d'AQUAREF à partir de la volonté de la Direction de l'eau et de la biodiversité de mettre en place une structure de référence pour combler les lacunes déjà observées sur les données issues de la surveillance des milieux aquatiques et renforcer le dispositif dans la mise en place de la directive cadre sur l'eau en France,

En parallèle, le BRGM, le Cemagref, l'Ifremer, l'INERIS et LNE ont souhaité mettre en commun leurs travaux d'appui respectifs dans le domaine de l'eau pour créer une meilleure visibilité de l'expertise Française. en Europe. et répondre d'une seule voix aux questions soulevées par la mise en place en France de la directive cadre sur l'eau sous l'angle de la surveillance.

L'importance du renforcement de la synergie entre les 2 axes de travail d'AQUAREF (chimie et hydrobiologie) est également soulignée dans la mesure où les travaux menés sur ces 2 axes concernent la comparabilité des données et l'anticipation de la future surveillance pour l'application de la DCE ; ce sont les supports indispensables à l'évaluation de l'état chimique et l'état écologique des masses d'eau au sens de la DCE.

Le projet de plan stratégique d'AQUAREF pour les années 2010-2012 , rédigé en réponse à la demande de la Direction de l'eau et de la biodiversité, est brièvement présenté au travers des 6 actions stratégiques correspondantes :

1. Améliorer la qualité des données,
2. Anticiper la future surveillance,
3. Proposer l'expertise française à l'Europe,
4. Valoriser et promouvoir les travaux d'AQUAREF,
5. Identifier les enjeux de la directive stratégie marine,
6. Réaliser une analyse prospective pour construire le plan d'actions techniques 2013-2015.

Quelques actions scientifiques (prélèvements, méthodes de références, etc..) déjà engagées depuis 2007 sur les actions 1 et 2 sont brièvement rappelées, ainsi que l'adresse du site internet où les livrables peuvent être consultés par le plus grand nombre.

3.3 Les textes réglementaires relatifs au bon état des milieux aquatiques

Cette introduction technique porte sur 2 sujets :

- liste des substances à surveiller,
- exigences européennes en termes d'assurance qualité.

Elle a été proposée par le comité d'organisation du séminaire afin d'harmoniser le niveau d'information des laboratoires et de les mobiliser sur ces 2 sujets qui permettent de faire un point sur les évolutions tant en terme de substances à surveiller, qu'en terme d'exigences à respecter :

Marina Coquery (AQUAREF, Cemagref) présente l'historique des listes de substances surveillées en faisant apparaître clairement la distinction entre celles qui relèvent des obligations communautaires et celles qui concernent la France soit pour la surveillance des milieux, soit parce qu'elles ont été identifiées comme pertinentes (PNAR 2005) après examen de la contamination avérée du milieu et des ses sources ponctuelles (RSDE).

Jean-Philippe Ghestem (AQUAREF, BRGM) propose un examen des principaux points de la directive 2009/90/CE (QA/QC) de la Commission européenne établissant des spécifications techniques pour l'analyse chimique qui impacteront les pratiques des laboratoires dès sa transposition française, qui interviendra d'ici juin 2011 (délai lié aux travaux parlementaires inclus). Les obligations résultant de ce texte sont déjà prises en compte pour partie au travers du dispositif actuel d'agrément (novembre 2006) mais certains points, sur lesquels AQUAREF travaille déjà, méritent une attention particulière :

- Limites de quantification, pour lesquelles la France dispose d'une norme française relativement contraignante par rapport à ses voisins ;
- Critères de performances minimaux : $LQ < NQE/3$ et une incertitude de 50% autour de la NQE, ce qui en fonction des substances n'est pas toujours possible, voire impossible, à atteindre dans des conditions économiques « acceptables » ;
- Participation à essais d'aptitude et utilisation de matériaux de référence certifiés de concentrations et matrices représentatives, qui n'existent pas toujours au catalogue des organisateurs d'essais d'aptitude.

Ce texte innovant en termes de préconisations techniques et d'assurance qualité, dont chaque état membre doit s'assurer de la bonne exécution, impliquera une évolution de l'agrément actuel.

La représentante d'**ALCESE** (Mme Selve) rappelle que les laboratoires sont très motivés pour s'impliquer dans la mise en place de ce texte. **C. Jourdan** précise que les représentants des laboratoires seront conviés au Groupe de travail qui va se mettre en place pour faire évoluer les modalités d'agrément (arrêté du 29 novembre 2006) en janvier 2010.

Des représentants d'AQUAREF ont participé depuis 2006 au groupe de travail européen du Chemical Monitoring Activity (CMA) dont est issu la directive 2009/90/CE (QA/QC). Les experts français ont tenté de défendre des positions liées en particulier aux définitions des limites de quantification, mais le consensus n'a pas été possible ; d'où la version actuelle de la directive très « épurée » par rapport aux versions projet antérieures.

JP Ghestem rappelle également l'implication d'AQUAREF dans les autres travaux du CMA qui concernent aussi la préparation d'un guide de surveillance dans le biote et les sédiments (matrice également concernée par la directive sur les NQE de décembre 2008) et sur les travaux de normalisation.

3.4 Essais inter-laboratoires

AQUAREF présente ses activités sur les essais inter-laboratoires en les resituant par rapport à la réglementation encadrant aujourd'hui les essais d'aptitude (**Marie-Pierre STRUB, AQUAREF-INERIS**) et en mettant également en exergue les évolutions probables suite à la transposition de la directive QA/QC (juillet 2011).

Présentation des activités en cours menées dans le cadre du programme d'actions scientifiques et techniques d'AQUAREF qui recouvrent 2 aspects :

- **Les essais collaboratifs sur sites (Jean Philippe GHESTEM, AQUAREF-BRGM)**
 - eaux de rivières en 2007,
 - eaux souterraines en 2009,
 - plans d'eaux en 2010.

Ces essais ont été organisés suite au constat de l'absence d'outils de contrôle qualité pour les activités d'échantillonnage, et notamment le manque d'essai d'intercomparaison par rapport à la partie analytique réalisée au laboratoire, alors même que chacun s'accorde à dire combien cette étape est primordiale et conditionne le résultat final. La raison de ces manques est liée à la complexité et au coût de tels essais.

Le centre communautaire de recherche (JRC ISPRA) a également organisé récemment des essais en rivière (2007 Pô, 2008 Danube) avec une autre perspective (prélèvement et analyse par des opérateurs distincts) et les experts d'AQUAREF sont également impliqués dans ces essais européens.

NB : en complément au séminaire, AQUAREF s'est porté volontaire pour participer au comité de pilotage de ces essais européens afin de faire converger les 2 démarches.

L'organisation des essais en France (prélèvements par des opérateurs différents et analyse par un seul laboratoire) vise en effet les objectifs suivants :

- Observer et comparer les pratiques d'échantillonnage
 - pour comparer les pratiques des opérateurs aux normes ou aux guides existants
 - pour proposer des améliorations de ces documents, des préconisations pour les cahiers de charges,...
- Estimer la part de la variabilité des résultats liée à l'échantillonnage
- Estimer la variabilité des résultats pour les paramètres de terrain (pH, conductivité, ...)

Les enseignements issus de ces essais pourront être utilisés pour la révision de cahiers des charges ou de documents normatifs ainsi que pour l'organisation de formations sur l'échantillonnage (qui pourraient déboucher à termes sur un système de qualification). Ces essais pourraient également se poursuivre sous la forme d'actions plus précises ciblées sur des substances « à problèmes » pour identifier des sources d'erreurs et estimer l'incertitude liée aux activités d'échantillonnage. Une réflexion est également en cours pour la pérennisation des tels essais collaboratifs.

- **Les essais en laboratoires (analyses chimiques) (Bénédicte LEPOT, AQUAREF, INERIS)**

Les essais inter-laboratoires réalisés par AQUAREF s'inscrivent dans une démarche de suivi de l'amélioration des pratiques sur les substances de la DCE (initiée dès 2003 pour les substances pour lesquelles aucun essai inter-laboratoires n'est proposé, ou aucune méthode d'analyse reconnue disponible, ou encore présentant un besoin impératif de soutien des activités de normalisation). L'application des recommandations proposées aux participants suite aux essais 2003-2004 ont pu être mesurées en 2008 avec une amélioration sensible de la comparabilité (HAP et chlorophénols dans les eaux naturelles)

Améliorations à apporter par AQUAREF :

Matériau pour contrôle et solution d'extrait fournis à faire évoluer vers un matériau de référence certifié, plus complexe mais aussi plus représentatif de la matrice réelle.

Améliorations à apporter par les laboratoires :

Respect des consignes données par les organisateurs. Le non respect des consignes ne permet pas d'atteindre les objectifs initiaux par l'exploitation des résultats, ce qui pose un problème vis-à-vis des pouvoirs publics ayant financé l'essai (gratuit pour les participants),
La gratuité de ces exercices pourrait être remise en cause en cas de non respect des consignes.

- **Témoignage : utilisation, problèmes rencontrés : M. SELVE, représentante d'ASLAE**
Mme M. Selve présente l'avis des laboratoires adhérents à ASLAE sur l'utilisation des EIL et les améliorations qui sont attendues :
 - Compte tenu des coûts des EIL, il serait judicieux qu'un même EIL puisse servir officiellement à tester plusieurs méthodes (quantité de matériau d'essai fournie, saisie de résultats multiples sous un même code),
 - Les circuits « eaux propres » devraient intégrer des eaux brutes (surfaces ou souterraines), représentatives de la surveillance de milieu, au lieu des eaux de distribution souvent présentées ;
 - difficultés de trouver des EIL proposant l'ensemble des molécules ou paramètres analysés par les méthodes dites « multi-résidus » (pour micropolluants organiques et même certains métaux) ;
 - Certains paramètres ne sont pas encore « couverts » pour toutes les matrices.Les autres attentes des adhérents d'ASLAE portent sur les résidus médicamenteux et sur les prélèvements.

- **Discussion**

La discussion qui suit porte essentiellement sur l'absence de circuits français sur certains paramètres.

AQUAREF précise que les laboratoires doivent aller voir à l'étranger s'il existe des circuits pour ces paramètres.

AQUAREF propose d'organiser un état des lieux des circuits existants (en mobilisant les réseaux européens EPTIS, PT-WFD).

L'objectif d'AQUAREF n'est pas de remplacer les organisateurs d'essais inter-laboratoires français (AGLAE, BIPEA) mais de travailler sur les aspects amont. Le travail en collaboration avec les OCILs français va démarrer dès 2010 afin de mutualiser et dégager les sujets prioritaires et le partage des tâches à élaborer entre les acteurs .

La question des écarts entre laboratoires est également soulevée. En principe, l'incertitude peut être exigée par les donneurs d'ordre auprès de leurs laboratoires lorsque ceux-ci sont accrédités. Tous les résultats devraient donc être assortis de leur incertitude, ce qui permettrait d'y voir plus clair entre des résultats *a priori* différents

P. Caillaud propose de travailler en collaboration avec AQUAREF sur les essais qu'il mène sur le terrain en assainissement ; AQUAREF reprendra contact avec Mr Caillaud pour voir comment peuvent s'articuler ces travaux avec ceux d'AQUAREF.

Les bureaux d'études chargés des prélèvements seront sollicités via la COPREC (déjà présente) dans le GT prélèvement que pilote AQUAREF.

3.5 Limites de quantification (LQ)

- **Positionnement réglementaire et évolution de la normalisation (Jean Philippe GHESTEM, AQUAREF, BRGM)**

La Directive QA/QC parue en juillet 2009 impose l'exigence d'une limite de quantification au plus égale au tiers de la norme de qualité environnementale (NQE) ; ceci permet d'être en mesure de prendre une décision vis-à-vis du seuil de décision (NQE) pour lequel une incertitude maximale de 50 % sera exigée.

Mais le mode d'estimation de la limite de quantification est différent en France et en Europe avec des normes nationales et méthodes de calcul variables. Or ce paramètre est prépondérant pour différentes raisons. C'est :

- un élément de sélection des laboratoires dans les appels d'offre (concurrence entre laboratoires)
- un des critères de l'agrément du MEEDDM
- un paramètre clé pour la décision de l'état chimique (< LQ est transformé en LQ/2 pour le calcul des moyennes annuelles)

Les questions qui se posent aujourd'hui peuvent être résumées comme suit :

1. Compatibilité de la définition de la LQ de la directive QA/QC de juillet 2009 avec la norme française NF T90-210 (étude statistique sur 10 échantillons réels dopés à la limite de quantification) ; sur certains points cette norme est plus contraignante que la définition proposée dans la directive, malgré les efforts des experts d'AQUAREF pour imposer une définition plus stricte qui tienne compte de la matrice ;
2. Disponibilité de méthodes répondant à $LQ < 30\% NQE$, en particulier pour des NQE très faibles ;
3. Définir, fixer des objectifs de LQ pour toutes les substances (y compris en absence de NQE) ;
4. Impact de la mise en place dans les laboratoires de la nouvelle NF T90-210 (évolution des exigences du COFRAC) ;
5. Impact des résultats <LQ dans les calculs de moyenne annuelle lors de l'évaluation de l'état chimique.

Les travaux AQUAREF prenant en compte ces questions en 2009 :

- Recommandations pour la transposition de la directive en réglementation française (définition de la QA/QC vs NF T90-210, Impact sur l'évolution de l'agrément, ...) ;
- Etude comparative entre les différentes approches de l'estimation de la limite de quantification ;
- Développement de méthodes avec des limites de quantification compatibles avec les NQE : mandat M424 donné par la Commission européenne au comité européen de normalisation (travaux européens sur 3 ans débutant en 2010) dans lequel le BRGM, l'INERIS et le LNE sont impliqués pour AQUAREF.

➤ **Effet des limites de quantification sur l'évaluation de l'état chimique : présentation des données RCS 2007 (Raphael DEMOULIERE –DEB)**

La directive QA/QC impose un certain nombre d'exigences qui ont été utilisées en partie pour l'évaluation de l'état chimique des masses d'eau à partir des résultats du RCS (réseau de contrôle de surveillance, données 2006-2007). Compte tenu du nombre important de résultats non quantifiés (<LQ) mais supérieurs à la NQE, il a fallu bâtir plusieurs scénarii afin de s'affranchir du nombre important de résultats non directement exploitables pour évaluer l'état chimique vis-à-vis des 41 substances prioritaires.

Le guide, paru en mars 2009, sur les règles de l'évaluation de l'état des eaux continentales superficielles a fixé que les moyennes annuelles des concentrations sont calculées en remplaçant les résultats inférieurs aux limites de quantification soit par zéro, (MOYENNE INFÉRIEURE) soit par la valeur de la limite de quantification (MOYENNE SUPÉRIEURE) soit 2 valeurs de moyennes

- Quand la moyenne inférieure (calculée avec zéro) est supérieure à NQE : mauvais état.
- Quand la moyenne supérieure (calculée avec LQ) est inférieure à NQE : bon état.
- Dans les autres cas, l'état est inconnu (mais peut être fixé avec un niveau de confiance de faible à élevé) dépendant de l'écart entre les moyennes et la NQE)

L'exemple des 1035 stations pour lesquelles (hormis DEHP et la somme des benzo-indeno (HAP), propose un état chimique :

- mauvais à 27 %,
- bon avec un faible niveau de confiance à 11 %,
- bon avec un niveau de confiance intermédiaire à 52 %
- bon avec un niveau de confiance élevé à 10 % ,

Cet exemple souligne l'importance d'améliorer les limites de quantification pour ne pas pérenniser un tel niveau d'incertitude sur l'évaluation de l'état chimique des masses d'eau surveillées puisque cette incertitude est liée à des valeurs trop élevées de limites de quantification.

➤ **Comment respecter les exigences des cahiers des charges : témoignage d'un laboratoire (Sonia WANNER, CAR)**

Mme Wanner rappelle toutes les difficultés auxquelles se trouvent confrontés les laboratoires. Outre les questions évoquées précédemment des arbitrages doivent être faits quotidiennement par le laboratoire :

- Doit-on prendre en compte le rendement d'extraction dans le calcul des résultats ?
- Peut-on regrouper les matrices ?
- Comment doper le biote et les sédiments pour calculer les rendements d'extraction ?
- Comment trouver une matrice représentative non contaminée (pour définir les LQ) ?
- Comment résoudre la difficulté de l'absence relative de spécificité des méthodes dites « multi-résidus » (intéressante économiquement) sans impacter les LQ ?

L'ensemble de ces questions méritent des clarifications qui doivent être coordonnées par AQUAREF.

➤ **Discussion**

- La question de la prise en compte du rendement d'extraction pour corriger le résultat des analyses est soulevée car tous les laboratoires n'ont pas la même pratique.

En principe, selon Mme Wanner, c'est un arbitrage interne au laboratoire. A priori, entre 80% et 110 % de rendement, il n'y a pas correction sinon, il y a un risque de biais systématique.

Pour les eaux les plus chargées, il est recommandé d'utiliser autant que possible des étalons marqués ; cette pratique devrait se généraliser, mais il n'y a pas d'étalon marqué pour toutes les molécules et le coût de l'analyse est alors plus élevé. Il y a lieu de multiplier les étalons ou de travailler par famille (mais il peut aussi y avoir des comportements notablement différents dans une même famille chimique).

La question des limites de quantification plus contraignantes en France qu'à l'étranger pose le problème de la concurrence des laboratoires étrangers qui peuvent être agréés en France en utilisant une autre méthode de calcul de la limite de quantification. C'est sans doute aux commanditaires de s'assurer, lors de la consultation préalable à la passation de marché, que les LQ sont bien estimées sur matrices réelles.

3.6 Méthodes d'analyses

- **Fiches méthodes AQUAREF et validation de méthodes (Sophie LARDY-FONTAN, AQUAREF, LNE)**

Sophie Lardy-Fontan présente les méthodes proposées et mises en œuvre dans les laboratoires des établissements d'AQUAREF (www.aquaref.fr). Leur principe n'est pas de chercher à concurrencer les méthodes normalisées ou les méthodes internes, mais plutôt de donner à tous les laboratoires la possibilité de s'appuyer sur ces méthodes pour leurs développements internes. Les différentes étapes de validation proposées par le consortium européen NORMAN sont celles retenues par AQUAREF. La validation doit aussi prendre en compte et si possible respecter les exigences de la directive QA/QC, ainsi que celles de la norme NFT 90-210 :2009. Il est à noter que celles-ci ne sont pas équivalentes.

L'approche selon NORMAN est basée sur 3 niveaux de validation :

- 1- Méthode bénéficiant d'une validation intra-laboratoire utilisable par le laboratoire de recherche qui l'a développée ;
- 2- Méthode utilisable par des laboratoires experts via un transfert de technologie ;
- 3- Méthode utilisable par des laboratoires de « routine » avec validation externe inter-laboratoires détaillée.

Les processus de décisions sur les méthodes à développer en priorité doivent être basés sur des consensus :

- 1- Choix du domaine d'application (analytes, matrices, gamme de concentrations)
- 2- Evaluation des méthodes par un collège d'experts
- 3- Définition des priorités sur les étapes de validation Norman

Les laboratoires sont appelés à réagir sur les travaux déjà réalisés par AQUAREF et pourront être sollicités le cas échéant par AQUAREF en fonction de leur maîtrise sur certaines méthodes.

Le LNE propose ensuite un court exposé relatif à la problématique des blancs et les difficultés pour obtenir des blancs compatibles avec les exigences de limites de quantification. Dans la plupart des cas, il s'agit plus d'une question de bonne maîtrise par le laboratoire de la contamination le long de la chaîne d'analyse, que des propriétés physico-chimiques des analytes. Afin d'évaluer l'état des pratiques des laboratoires, une enquête a ainsi été lancée fin 2009 par le LNE vers les laboratoires, qui sera exploitée via AQUAREF.

Le questionnaire pourra faire l'objet d'une relance en 2010, éventuellement avec des modifications de forme.

La question des matières en suspension (MES) a ensuite été débattue, car il n'existe pas assez de méthodes permettant de prendre en compte de manière efficace les matières en suspension lors de l'analyse d'une substance dans un échantillon d'eau naturelle.

MP Strub pose la question de la prise en compte des MES par les laboratoires. Quelles sont les pratiques ?

M. Alain Franco (laboratoire de Rouen) indique effectivement que cela pose problème et que suivant les techniques et méthodes, les MES peuvent être plus ou moins bien prises en compte. La question des pratiques de dosage des eaux en MES pour valider les méthodes est également évoquée. Des solutions sont utilisées par les laboratoires mais ne sont pas harmonisées.

Question soulevée : dans quel programme d'accréditation sont traités les MES ? Avec la matrice eau ? avec les sédiments dans le programme 156 du COFRAC ? Question à poser au COFRAC.

3.7 Evolution de l'agrément (Emilie BREUGNOT, ONEMA)

L'instruction des dossiers « agrément » est faite par l'ONEMA (arrêté de septembre 2008) sur la base d'une vérification des critères d'agrément effectuée par l'auditeur lors de l'évaluation d'accréditation.

L'auditeur applique un cahier des charges (disponible sur le site LABEAU : www.labeau.ecologie.gouv.fr et sur le site du COFRAC www.cofrac.fr/doc/docs2/commun/lab ref 18.pdf).

La liste des laboratoires avec leurs paramètres et matrices agréés est actualisée en permanence sur le site LABEAU suivant les décisions d'agrément par laboratoire qui interviennent quotidiennement ; un courrier avec décisions d'agrément est adressé par l'ONEMA à chaque laboratoire.

=> Publication sur le site LABEAU des agréments du laboratoire jusqu'à la prochaine vérification (entre 15 et 18 mois).

En octobre 2009, 166 laboratoires étaient agréés ou en cours d'instruction sur plus de 30 000 paramètres.

Il existe désormais dans LABEAU un outil de recherche des laboratoires agréés par matrice et paramètre.

Les évolutions nécessaires de l'agrément doivent répondre à l'évolution de la réglementation :

- de la circulaire rejets (DGPR)
- des NQE
- de la transcription de la directive QA/QC .

De même, des évolutions sont envisagées pour tenir compte des prélèvements :

- harmonisation des pratiques et des manuels
- mise en place d'une formation qualifiante (module de formation disponible dès 2010 pour les eaux cours d'eaux)
- essais collaboratifs

AQUAREF sera impliqué dans des visites de laboratoires au titre de l'article 9 de l'arrêté du 29 novembre 2006 (quelques laboratoires chaque année) afin de :

- faire remonter les difficultés auxquelles les laboratoires sont confrontés,
- de proposer des solutions pour une amélioration de l'agrément,

Ce travail fera l'objet de la publication d'un rapport de synthèse chaque année (anonyme pour les laboratoires « visités »)

Enfin, des questions similaires pour la mise en place d'un agrément boues sont actuellement examinées par AQUAREF.

De nombreuses questions ont été soulevées suite à cet exposé de l'ONEMA :

Claire RIOU (AE RM&C) a soulevé la question de l'utilisation de l'agrément dans le cadre des appels d'offre : comment faire pour respecter l'exigence que toutes les substances soient analysées dans le cadre de l'agrément (les laboratoires répondant ne sont pas obligatoirement agréés pour toutes les substances).

C Jourdan (ONEMA) précise que l'application de l'agrément n'a pas été strict sur tous les points pour le premier cycle (notamment pour l'utilisation d'une même EIL pour plusieurs méthodes). Cela ne sera plus le cas pour le deuxième cycle. Des lettres d'avertissement aux laboratoires ont été envoyées en cas de problème. Par ailleurs, pour des questions de difficultés d'organisation, l'agrément ne gère pas actuellement la portée flexible du COFRAC.

A Franco (Laboratoire de Rouen) : s'il n'existe pas d'essai inter-laboratoires en France pour une

substance, faut il aller chercher un EIL au niveau européen ? AQUAREF signale qu'il s'agit d'une exigence de l'agrément.

La nécessité de reformuler clairement les exigences de l'agrément et que les conditions d'application soient transparentes est mentionnée par un laboratoire.

Une discussion sur la codification SANDRE et les formats d'échanges a permis de souligner l'importance d'une remise « à plat » de la base de données des paramètres et surtout des familles de paramètres ainsi que des méthodes, sujet sur lesquels AQUAREF s'est engagé en 2009.

Un groupe de travail, auquel les représentants les laboratoires seront associés, se réunira dès janvier 2010 (26 janvier) pour initier les travaux sur l'évolution de l'agrément.

3.8 Substances émergentes (Marina COQUERY, AQUAREF- Cemagref et Valéria DULIO – AQUAREF-INNERIS)

Une présentation de l'enjeu analytique liée aux nouvelles substances qui ne sont pas encore réglementées est proposée pour conclure la journée. Elle souligne qu'il existe pour ces substances très peu de données pour une évaluation correcte des risques, et le besoin de moyens pour mieux exploiter les données et l'information disponible au niveau national et EU :

- Besoin de nouveaux programmes de recherche pour améliorer le niveau de connaissances sur certaines substances en termes de risque, de comportement, etc.
- Améliorer la validation / harmonisation des méthodes,
- Améliorer les outils innovants de mesure : échantillonneurs passifs, outils biologiques (effet),
- Transférer les méthodes analytiques souvent cantonnées au stade de recherche en routine lorsqu'un risque avéré pour les écosystèmes a été identifié.

4. Conclusions et suite à donner

Un questionnaire a été remis aux participants afin de recueillir leur avis sur le besoin de rencontres régulières telles que celles-ci et d'un lieu d'échange.

L'annexe 2 regroupe l'ensemble des réponses obtenues.

Ces réponses montrent le souhait des participants d'avoir régulièrement des journées d'échanges multi-thématiques (1 par an pour environ 60 % des personnes interrogées et 2 par an pour 40 %). 70 % des laboratoires sont également prêts à s'impliquer dans des groupes de travail.

Compte-tenu des échanges de la journée et des réponses au questionnaire, il est entériné qu'AQUAREF organisera d'autres journées.

En 2010 est déjà programmée une journée sur les analyses des rejets dans le contexte de la circulaire DGPR de janvier 2009 (opération RSDE) sur les rejets.

Il semble qu'un Groupe de travail spécifique aux méthodes d'analyses (fiches méthodes) soit envisageable dès 2010 pour une plus large participation des laboratoires aux priorités voire une participation active sur le développement de méthodes.

Enfin, un séminaire spécifique sur les essais inter-laboratoires semble également s'imposer compte tenu de l'attente et des questions soulevées lors de la journée.

Annexe 1

Liste des participants
(22 octobre. 2009)

Séminaire du 22 octobre 2009
 Les exigences de la DCE pour l'analyse des micropolluants



NOM	PRENOM	INSTITUTION	SIGNATURE
AGUERRE-CHARIOL	Olivier	INERIS	
ALLONIER	Anne-Sophie	Agence de l'Eau Seine-Normandie	
ALSAC	Nicolas	INERIS	
AMALRIC	Laurence	BRGM	
BARTY	Karine	SGS	
BENISMAIL	Nizar	IPL Santé, Environnement Durables Est	
BEREAU	Arnaud	CERECO	
BERROIR	Gilles	MEEDM	
BLUM	Ariane	BRGM	
BOMBARDIERI	Pascal	CARSO-LSEHL	
BONY	Michel	CTC Groupe	
BOSSERT	Emmanuelle	Centre d'Analyse et de Recherche	
BOURDON	Laurent	CERECO	
BREUGNOT	Emilie	ONEMA	
BRIONNE	Evelyne	SAUR	
BUTTEUX	Xavier	AGROLAB	
CABILLIC	Julie	LNE	

Séminaire du 22 octobre 2009
 Les exigences de la DCE pour l'analyse des micropolluants



NOM	PRENOM	INSTITUTION	SIGNATURE
CAILLAUD	Philippe	Statisticien en profession libérale	
CAMPENS	Jean-François	Laboratoire WESSLING	
CANNOT	Jean-Claude	CTC Environnement	
CASABIANCA	Francis	Laboratoire Départemental d'Analyse Corse du Sud	
CHAMPION	Rachel	LNE	
CHAUMET	Fleur	EHESP-LERES et représentante ALCESE	
CIMOLINO	Lauro	SOCOTEC	
CIZAIRE	Didier	APAVE	
COLIN	Ronan	IDAC Laboratoires	
COLIN	Marine	MEEDM	
COLOMBET	Nicolas	IANESCO	
COMPOINT ZOIA	Isabelle	ALCONTROL LABORATOIRE	
COQUERY	Marina	CEMAGREF	
DEBRUN	David	Laboratoire Départemental de l'Oise	
DEMOULIERE	Raphaël	MEEDM	
DESRUES	Christophe	IDHESA BRETAGNE OCEANE	
DUCHENE	Philippe	CEMAGREF	

Séminaire du 22 octobre 2009
 Les exigences de la DCE pour l'analyse des micropolluants



NOM	PRENOM	INSTITUTION	SIGNATURE
DULIO	Valéria	INERIS	
DUROCHER	Jacky	Agence de l'Eau Loire-Bretagne	
FAUST	Pascal	LCDI Environnement	
FONTAINE	Olivier	Agence de l'Eau RMC	
FRANCO	Alain	Laboratoire de Rouen	
GALINIE	Anne-Marie	Laboratoire Départemental du Tarn	
GANTOIS	Fanny	LNE	
GHESTEM	Jean-Philippe	BRGM	
GIOT	Hélène	Agence de l'Eau RMC	
GUIGUES	Nathalie	LNE	
HALKETT	Cédric	Agence de l'Eau Artois Picardie	
HERVOUET	Gilles	BRGM	
INGRAND	Valérie	VEOLIA Eau	
JEDOR	Béatrice	Direction Générale de la Santé	
JOURDAN	Christian	ONEMA	
LABARRAQUE	Guillaume	LNE	
LACHENAL	Jacques	LNE	

Séminaire du 22 octobre 2009
 Les exigences de la DCE pour l'analyse des micropolluants



NOM	PRENOM	INSTITUTION	SIGNATURE
LALERE	Béatrice	LNE	
LANGLE	Stéphane	Laboratoire départemental de la sarthe	
LARDY-FONTAN	Sophie	LNE	
LAIVISON	Gwenaëlle	EAU DE PARIS	
LE GLATIN	Stéphane	Laboratoire Départemental d'Analyse du Morbihan	
LE GOFF	Pierre-André	Base Navale de Cherbourg	
LEOZ	Eva	INERIS	
LEPOT	Bénédicte	INERIS	
LERAY	Gildas	EUROFINS	
LEROI	Philippe	IDAC Laboratoires	
LEVASSEUR	Cécile	INERIS	
LEYMARIE	Frédéric	IPL Groupe	
MARCHAND	Michel	IFREMER	
MARGOUM	Christelle	CEMAGREF	
MEYER	Isabelle	IPL	
MORIN	Anne	INERIS	
MOURETTE	Sandrine	Laboratoire Départemental d'Analyse de la Drome	

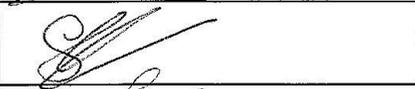
Séminaire du 22 octobre 2009
 Les exigences de la DCE pour l'analyse des micropolluants



NOM	PRENOM	INSTITUTION	SIGNATURE
MOURLEVAT	Franck-Alexis	SAS MAPE	
NOURI	Bahia	CARSO-LSEHL	
PERU	Dominique	Laboratoire Départemental Frank Duncombe	
PICHON	Claire	AGROLAB	
PICQUE	Eric	Institut Pasteur de Lille	
PION	Isabelle	MEEDM	
POINTILLART	Christian	Laboratoire d'analyse Sèvre-Atlantique	
RENAUD	Carole	SNCF	
RICHET	Jean-Baptiste	AREAS	
RIOU	Claire	Agence de l'Eau Rhin-Meuse	
ROSIN	Christophe	AFSSA	
ROUSSELIN	Philippe	EUROFINS	
SAHAGHIAN	Martin	Bureau d'études CEGEE	
SCHIAVONE	Séverine	CEMAGREF	
SELVE	Michelle	ASLAE	
SIBIEN	Frédéric	Agence de l'Eau Adour Garonne	
STAUB	Pierre-François	ONEMA	

Séminaire du 22 octobre 2009
Les exigences de la DCE pour l'analyse des micropolluants



NOM	PRENOM	INSTITUTION	SIGNATURE
STRUB	Marie-Pierre	INERIS	
VASLIN-REIMANN	Sophie	LNE	
WANNER	Sonia	CAR Analyse	

Annexe 2: Questionnaire aux participants

Participants au séminaire Aquaref du 22/10/09

85 participants au total 46 laboratoires ou bureaux d'études.			26 réponses soit 56% de réponses
Réponses questionnaires		Nombre	26
Comment avez-vous été informé de cette journée ?	Site internet AQUAREF	Nombre	12
		%	46%
	Plaquette	Nombre	2
		%	8%
	Autre(s)	Nombre	12
		%	46%
Cette rencontre vous a-t-elle été utile ?	Oui	Nombre	26
		%	100%
Souhaitez-vous que ces rencontres aient lieu régulièrement ?	Oui	Nombre	26
		%	100%
Quelle fréquence ?	1 par an	Nombre	13
		%	50%
	2 par an	Nombre	10
		%	38%
	1 tous les 2 ans	Nombre	1
		%	4%
Souhaitez-vous plutôt des rencontres :	avec plusieurs thèmes	Nombre	18
		%	69%
	des rencontres thématiques	Nombre	8
		%	31%
Seriez-vous prêt à participer en tant qu'orateur ?	Oui	Nombre	10
		%	38%
	Non	Nombre	11
		%	42%
Souhaiteriez-vous des travaux en plus petits groupes ?	Oui	Nombre	13
		%	50%
	Non	Nombre	11
		%	42%
Seriez-vous prêt à être sollicité pour des réunions de travail en plus petits groupes ?	Oui	Nombre	19
		%	73%
	Non	Nombre	6
		%	23%