

# Visite d'une sélection de laboratoires agréés en 2016-2018

## RAPPORT DE SYNTHÈSE

Laurence Amalric, Hugues Biaudet,  
Julie Cabillic, Jean-Philippe Ghestem,  
Sophie Lardy-Fontan, François Lestremau

Février 2018

Rapport final

En partenariat avec



Avec le soutien de



## Contexte de programmation et de réalisation

---

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme scientifique et technique AQUAREF pour l'année 2018, dans le cadre du thème D - Amélioration des opérations d'analyses physico-chimiques.

Auteur (s) :

*Laurence Amalric*  
BRGM  
[l.amalric@brgm.fr](mailto:l.amalric@brgm.fr)

*Hugues Biaudet*  
INERIS  
[hugues.biaudet@ineris.fr](mailto:hugues.biaudet@ineris.fr)

*Julie Cabillic*  
LNE

*Jean-Philippe Ghestem*  
BRGM  
[jp.ghestem@brgm.fr](mailto:jp.ghestem@brgm.fr)

*Sophie Lardy-Fontan*  
LNE  
[sophie.lardy-fontan@lne.fr](mailto:sophie.lardy-fontan@lne.fr)

*Francois Lestremau*  
INERIS  
[francois.lestremau@ineris.fr](mailto:francois.lestremau@ineris.fr)

---

Vérification du document :

*Christine Féray*  
AQUAREF  
[christine.feray@ineris.fr](mailto:christine.feray@ineris.fr)

## Les correspondants

---

AFB : Pierre-François Staub, [pierre-francois.staub@afbiodiversite.fr](mailto:pierre-francois.staub@afbiodiversite.fr)

INERIS : [Francois.lestremau@ineris.fr](mailto:Francois.lestremau@ineris.fr)

Référence du document : Visite d'une sélection de laboratoires agréés en 2016-2018 - rapport de synthèse - AQUAREF - Rapport AQUAREF 2018 - 44 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>

<b>1. CONTEXTE DES VISITES DE LABORATOIRES .....</b>	<b>7</b>
<b>2. REALISATION DES VISITES .....</b>	<b>9</b>
2.1 Organisation des visites et sujets d'échanges.....	9
2.2 Critères de sélection des laboratoires.....	9
2.3 Typologie des laboratoires sélectionnés .....	10
<b>3. SYNTHÈSE DES OBSERVATIONS .....</b>	<b>11</b>
3.1 Aspects réglementaires .....	11
3.2 Contexte de réalisation des prestations d'analyse .....	13
3.3 aspects techniques .....	15
3.4 Connaissance et utilisation des productions d'AQUAREF, relations avec AQUAREF .....	20
<b>4. POINTS D' ACTIONS IDENTIFIES PAR AQUAREF .....</b>	<b>22</b>
<b>5. CONCLUSION .....</b>	<b>23</b>
<b>6. LISTE DES ANNEXES.....</b>	<b>24</b>

Laurence Amalric, Hugues Biaudet, Julie Cabillic, Jean-Philippe Ghestem, Sophie Lardy-Fontan, Francois Lestremau

## RESUME

Les données concernant la qualité des eaux jouent un rôle prépondérant dans les décisions prises par les pouvoirs publics soit à l'occasion de la préparation de la réglementation ou de son application, soit pour évaluer la portée des actions menées pour améliorer la qualité des milieux. La qualité des données de surveillance et leur fiabilité sont donc essentielles.

Dans le cadre de ses missions, AQUAREF a souhaité pouvoir établir un état des lieux sur l'application de la surveillance des milieux aquatiques en allant visiter des laboratoires d'analyses prestataires agréés.

Ces visites, qui se sont déroulées entre 2016 et 2018, ont porté sur douze laboratoires agréés, choisis aléatoirement pour constituer un panel représentatif en statut (public/privé) et en nombre d'agréments.

Ce document dresse une synthèse de ces retours en mettant en avant les points majeurs remontés lors de ces visites. Il s'articule autour des aspects réglementaires, du contexte contractuel de réalisation des prestations, des aspects techniques, et des relations avec AQUAREF.

**Mots clés** (thématique et géographique) :

Agrément, visite, laboratoires, environnement

## PRÉAMBULE

Le présent rapport a été établi sur la base des informations fournies à l'INERIS, des données (scientifiques ou techniques) disponibles et objectives et de la réglementation en vigueur.

La responsabilité de l'INERIS ne pourra être engagée si les informations qui lui ont été communiquées sont incomplètes ou erronées.

Les avis, recommandations, préconisations ou équivalent qui seraient portés par l'INERIS dans le cadre des prestations qui lui sont confiées, peuvent aider à la prise de décision. Etant donné la mission qui incombe à l'INERIS de par son décret de création, l'INERIS n'intervient pas dans la prise de décision proprement dite. La responsabilité de l'INERIS ne peut donc se substituer à celle du décideur.

Le destinataire utilisera les résultats inclus dans le présent rapport intégralement ou sinon de manière objective. Son utilisation sous forme d'extraits ou de notes de synthèse sera faite sous la seule et entière responsabilité du destinataire. Il en est de même pour toute modification qui y serait apportée.

L'INERIS dégage toute responsabilité pour chaque utilisation du rapport en dehors de la destination de la prestation.

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	F. Lestremau	H. Biaudet	M. Durif
Qualité	Unité « ANALyses pour l'Environnement » Direction des Risques Chroniques	Responsable de l'Unité « ANALyses pour l'Environnement » Direction des Risques Chroniques	Responsable du Pôle « CARActérisation de l'Environnement » Direction des Risques Chroniques
Visa			

## **1. CONTEXTE DES VISITES DE LABORATOIRES**

Les données concernant la qualité des eaux jouent un rôle prépondérant dans les décisions prises par les pouvoirs publics soit à l'occasion de la préparation de la réglementation ou de son application, soit pour évaluer la portée des actions menées pour améliorer la qualité des milieux. La qualité des données de surveillance et leur fiabilité est donc essentielle.

Dans le cadre de ses missions, AQUAREF a souhaité pouvoir établir un état des lieux sur la mise en œuvre de la surveillance des milieux aquatiques, du côté des opérateurs d'analyses physico-chimiques, en allant à la rencontre des laboratoires prestataires agréés.

Dans cette optique, AQUAREF avait effectué, en 2010, en collaboration avec l'ONEMA, une première action basée sur des visites de laboratoires agréés. Au total, 8 laboratoires français et étrangers avaient été visités par des experts techniques AQUAREF et des représentants de l'ONEMA (maintenant inclus dans l'AFB). Ces visites avaient pour but d'évaluer l'application de la directive QA/QC<sup>1</sup> et de l'agrément environnement en vigueur à cette période<sup>2</sup>. Ces 2 champs d'enquête avaient été traités indépendamment de la vérification des critères d'agrément (menés dans le cadre des évaluations COFRAC). Ces visites avaient permis de dresser un état des lieux des difficultés rencontrées par les laboratoires<sup>3</sup>. Elles avaient débouché sur un retour très positif de la part des acteurs impliqués, aussi bien AQUAREF que les laboratoires rencontrés.

Depuis quelques années, la mise en œuvre de la Directive Cadre sur l'Eau (par exemple la directive 2013/39/EU) et des objectifs nationaux de surveillance de la qualité des milieux aquatiques traduits au travers de l'arrêté surveillance du 07 Août 2015, ont entraîné des évolutions importantes en termes de nombre de substances suivies ou de matrices (ajout des sédiments et du biote notamment). Ces éléments ont également conduit à la révision régulière de l'Avis relatif aux limites de quantification des couples « paramètre-matrice » de l'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques. La mise en place de ces évolutions a pu conduire à certaines difficultés opérationnelles au sein des laboratoires, comme l'atteinte des nouvelles exigences sur les LQ, la validation de nouvelles méthodes/matrices ou des ruptures techniques par rapport aux pratiques.

Ainsi, dans la continuité des visites effectuées en 2010, une nouvelle série de visites de laboratoires agréés a été effectuée sur la période 2016-2018, avec un total de 12 visites réparties sur les 3 ans (3 en 2016, 4 en 2017 et 5 en 2018).

Ces visites avaient notamment pour objectif d'engager des discussions libres avec les laboratoires prestataires sur l'application des évolutions réglementaires et notamment les difficultés et verrous rencontrés. Ces visites ne concernaient que le domaine des analyses physico-chimiques (principalement le domaine de la surveillance des micropolluants organiques) et les sujets concernant l'hydrobiologie n'ont pas été abordés.

Les retours qui ont été remontés lors de ces visites sont ceux d'un panel de laboratoires choisis pour être représentatifs des laboratoires agréés mais ce document ne peut prétendre constituer un panorama exhaustif de l'ensemble de la profession.

---

<sup>1</sup> Directive 2009/90/CE de la Commission du 31 juillet 2009 établissant, conformément à la directive 2000/60/CE du Parlement européen et du Conseil, des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état des eaux, Annexe 3

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

<sup>3</sup> M.P. Strub, Visite d'une sélection de laboratoires agréés en 2010 – rapport de synthèse, rapport AQUAREF, 2010, DRC-11-112048-02747A

Ce document dresse une synthèse de ces retours en mettant en avant les points majeurs remontés lors de ces visites. Il s'articule autour des aspects réglementaires, contractuels, techniques et des relations avec AQUAREF.

Ces visites ont été effectuées dans un cadre confidentiel. Les échanges que les représentants d'AQUAREF ont eus avec les équipes des laboratoires rencontrées ont fait l'objet de comptes rendus confidentiels transmis uniquement au laboratoire concerné, aux représentants AQUAREF, à l'AFB et la DEB. Ce document vise à respecter l'anonymat des laboratoires visités.

## **2. REALISATION DES VISITES**

### **2.1 ORGANISATION DES VISITES ET SUJETS D'ECHANGES**

Les visites ont été effectuées en binômes mixtes constitués de 2 représentants d'instituts AQUAREF différents (provenant du BRGM, de l'INERIS ou du LNE) avec un champ d'expertises et de compétences complémentaires. Comme en 2010, l'ONEMA (AFB) a participé à certaines de ces visites.

Chacune des visites a commencé par une présentation générale d'AQUAREF, du contexte de réalisation des visites, de leur objectif et des sujets sur lesquels une discussion était proposée (annexe 1).

Ces sujets étaient les suivants :

- Une partie technique incluant les développements et la validation de méthodes :
  - Mise en application de la surveillance des substances pertinentes (difficultés sur la mise en place des LQ au début de cycle et en 2018)
  - Difficultés ou questions sur les matrices de la surveillance régulière : « nouvelles » matrices : sédiments, biote ; eaux résiduaires notamment eaux d'entrée de STEU, question de la fraction analysée : eaux brutes/filtrées/décantées, et de sa pertinence
  - Travaux sur les études de stabilité
  - Difficultés sur la bancarisation des données (codes Sandre,..)
  - Autres aspects analytiques : étalons analytiques (disponibilité/difficulté), incertitudes, EIL et MR(C)
  - Utilisation de nouvelles techniques/approches analytiques (injection directe, SBSE, SPE en ligne, extraction par disque, QuEChERS, échantillonneurs intégratifs passifs, analyseurs de masse haute résolution)
- les aspects réglementaires de la réalisation de la surveillance et leurs évolutions.
- la réalisation des prestations d'analyse dans le cadre des marchés avec les agences de l'eau.
- la connaissance des productions d'AQUAREF, les relations avec AQUAREF.

### **2.2 CRITERES DE SELECTION DES LABORATOIRES**

Le choix des laboratoires a été effectué par l'ONEMA (AFB) en considérant uniquement les laboratoires agréés pour les analyses de micropolluants.

Parmi eux, les laboratoires présentant une petite capacité ou pas de capacité d'analyse de micropolluants organiques ont été écartés compte tenu du fait que le point d'intérêt principal visait l'évaluation de la mise en place de l'analyse des substances pertinentes organiques de l'arrêté de 07 Août 2015. Les laboratoires restants ont été sélectionnés pour constituer un panel représentatif des laboratoires officiant dans les marchés de surveillance et de la diversité des laboratoires agréés en termes de taille, de statut ou encore de types d'analyses effectuées au regard des points d'intérêt retenus pour ces visites.

Au total, 12 laboratoires ont été sélectionnés, dont 1 étranger.

### **2.3 TYPOLOGIE DES LABORATOIRES SELECTIONNES**

Les 12 laboratoires visités comprenaient 6 laboratoires de droit privé et 6 laboratoires publics. 5 laboratoires (4 publics, 1 privé) ne possédaient qu'un seul site, les autres appartenaient à des structures multi-sites, dont 1 basée à l'étranger. Les effectifs des différents sites visités s'échelonnaient de quelques dizaines à quelques centaines de personnes.

La plupart des laboratoires publics ont une activité dans le domaine de l'agriculture, l'environnement, la santé animale et la santé humaine (contrôle sanitaire des eaux). Seule une part de leur activité (de 10% à ~1/3) est consacrée à la surveillance environnementale des milieux aquatiques.

Les laboratoires privés ont également des domaines d'activité étendus comprenant notamment les mêmes champs que ceux des laboratoires publics.

La plupart des laboratoires multi-sites a spécialisé certains sites dans la détermination de certains paramètres ou groupes de paramètres, en relation avec un parc d'équipements spécifiques. Certains laboratoires, publics comme privés ont fait le choix de focaliser une partie de leur activité dans certains domaines (par exemple les eaux résiduaires).

La majorité des laboratoires, publics comme privés, dispose de ses propres unités de prélèvements.

Beaucoup d'entre eux travaillent en réseaux afin de répondre aux marchés de surveillance environnementale.

### **3. SYNTHÈSE DES OBSERVATIONS**

Les retours des laboratoires ont été synthétisés et classés selon différents aspects : réglementaires, contractuels, techniques, relation avec AQUAREF. Les commentaires ou les actions AQUAREF permettant de répondre à ces retours sont indiqués par les flèches (→).

#### **3.1 ASPECTS RÉGLEMENTAIRES**

##### **Documents réglementaires**

- Documents réglementaires avec exigences analytiques : les laboratoires souhaiteraient être consultés en amont, via les associations de laboratoires, lors de l'élaboration de ces textes afin que les exigences soient plus en phase avec les capacités analytiques des laboratoires.
- Certaines références normatives dans les textes réglementaires sont liées à des paramètres qui ne sont pas de types indices (DCO, DBO5, ...) : une seule norme est citée par paramètre alors que d'autres normes pourraient parfois être utilisées.

→ AQUAREF rapportera ces éléments à la DGPR et à la DEB.

→ Les laboratoires ont été consultés en 2017 et 2018 via des enquêtes lors de la définition des LQ pour le suivi dans le biote (2017) ou la révision des LQ relatives à la liste B des substances pertinentes à surveiller (2018).

##### **Agrément**

- Interrogation des laboratoires sur le rôle et l'utilité de l'agrément. En effet :
  - Demandes de rendus sous agrément pas toujours spécifiées par les clients / dans les cahiers des charges liés aux analyses dans un cadre réglementaire.
  - Changement d'exigences de performances (LQ) pour une substance lors des révisions de l'agrément qui ont un impact important sur les activités des laboratoires. Nécessité de revalider les méthodes pour chaque paramètre dont la LQ est modifiée. Les laboratoires ne peuvent pas effectuer un travail de revalidation annuellement.
- Problèmes de délai de gestion de l'agrément fin 2017/2018. Par exemple, aucun retour sur une demande d'un laboratoire après 6 mois. Les laboratoires s'interrogent ainsi sur le système de fonctionnement et sur le suivi de ce dispositif.
- Délai de mise à jour de la liste des paramètres agréés trop long ce qui ne permet pas aux laboratoires de pouvoir les valoriser auprès de leurs clients (ou potentiels clients).
- Pour l'analyse des chloroalcanes à chaînes courtes (SCCP), de nombreux laboratoires considèrent que la norme NF EN ISO 12010 actuelle est trop lourde à mettre en place dans un contexte de production. La norme est exigée en tant que méthode indiciaire dans l'avis agrément pour les eaux douces et résiduaires. Certains laboratoires agréés selon cette norme ne la mettent pas en œuvre (ou partiellement) alors que d'autres la suivent strictement. Des distorsions de concurrence ont ainsi été signalées.

→ AQUAREF rapportera ces éléments via ce rapport et lors de réunions sur le retour de ces visites à la DGPR, la DEB et l'AFB.

→ Pour les SCCP, AQUAREF informera l'AFB des possibles distorsions de concurrence liées à la non application de la norme.

### *Comparaisons interlaboratoires (CIL) dans le cadre de l'agrément*

- Augmentation des paramètres dans l'agrément ce qui entraîne des difficultés concernant la participation aux CIL, notamment un impact sur les coûts de participation et les ressources humaines nécessaires.
- Pas de CIL pour certaines substances réglementées ou pour certaines matrices (eaux d'entrée STEU, sédiment, biote).
- Pour certains couples substances/matrices, risque important que le nombre de laboratoires ne soit pas suffisant pour garantir l'organisation d'un EIL (car trop peu de laboratoires sont positionnés sur certains domaines d'activités ou l'analyse de certaines substances).

→ Travaux AQUAREF sur l'organisation de CIL pour des couples substances/matrices orphelines (non pris en charges par les autres organisateurs de CIL).

→ Réunions annuelles d'AQUAREF avec les OCIL pour améliorer la disponibilité des essais d'aptitude et transférer de nouvelles CIL.

- Rendu des résultats des CIL dans LABEAU :
  - demande des laboratoires si des méthodes non déclarées dans LABEAU peuvent être utilisées pour l'agrément ou s'il est possible de saisir plusieurs méthodes dans LABEAU,
  - délai de saisie des résultats des CIL (1 mois) trop court au regard des contraintes techniques,
  - lien avec l'agrément de la partie santé : demande d'une saisie commune des résultats des EIL pour les 2 systèmes d'agrément (demande fréquente des laboratoires déjà exprimée lors des visites de 2010),
  - d'une manière générale, les laboratoires ont rappelé qu'ils ne sont pas toujours bien informés des règles régissant l'agrément, notamment dans le cadre de la participation aux CIL (et dans les cas où les CIL ne sont pas disponibles). Ces règles devraient être régulièrement rappelées (ou définies le cas échéant) aux laboratoires inscrits à l'agrément environnement.

→ AQUAREF rapportera ces éléments à l'AFB et la DEB.

### **Domaine normatif**

- Utilisation presque exclusive par les laboratoires de la portée flexible. Peu d'utilisation de normes pour les micropolluants organiques.
- Lors des visites de 2018 et suite au durcissement de la position du COFRAC sur l'utilisation des normes, les laboratoires ont manifesté leur crainte sur le respect de l'application stricte des normes.
- Un laboratoire a questionné sur le positionnement d'AQUAREF par rapport aux aspects normatifs. Il a été rappelé qu'AQUAREF est actif en matière de portage de projets de normes issus de ses propres travaux, et en mettant à disposition ses travaux des porteurs d'autres projets de normes, parmi lesquels peuvent figurer les laboratoires prestataires d'analyses.

→ AQUAREF contribue à la normalisation et notamment à porter des normes. Les actions mises en œuvre dans ce cadre pourront faire l'objet de communication par exemple via la lettre d'actualités AQUAREF.

## **Relation avec les pouvoirs publics**

- Constat d'interactions plus étroites pour les laboratoires avec les ministères de l'agriculture ou de la santé qu'avec celui de l'environnement.
- Les laboratoires font part d'un souhait d'une meilleure reconnaissance de leur expertise et utilité notamment lors d'études à des échelles locales (connaissance du terrain et réactivité pour la gestion de crise selon eux).
- Demande des laboratoires d'être informés au plus tôt des possibles évolutions réglementaires afin de pouvoir anticiper et planifier leurs travaux de développements. Les laboratoires ont exprimé la possibilité de pouvoir disposer d'une phase (période) où ils auraient le temps de développer des méthodes pour les nouvelles substances intégrant la surveillance réglementaire, à l'exemple des LQ de la liste B.

→ AQUAREF informera la DEB de ces éléments.

→ Les listes de substances suivies dans le cadre des études prospectives nationales seront publiées sur le site AQUAREF.

## **Représentation des laboratoires**

- Certains laboratoires français ne sont pas affiliés à une association de laboratoires française (ALCESE, APROLAB ou ASLAE) et ne sont pas consultés, ni informés.
- Certains laboratoires étrangers ne peuvent pas être inscrits à l'une de ces associations. En effet, seuls les laboratoires étrangers disposant de laboratoires en France dans le domaine de l'environnement peuvent être inscrits à ces associations (ce qui n'est pas le cas de tous).

→ Les communications ou consultations envers les laboratoires agréés devraient être dirigées directement vers l'ensemble des laboratoires et des associations de laboratoires plutôt qu'uniquement à travers des associations de laboratoires. Toutes les sollicitations devraient également être affichées sur LABEAU.

## **3.2 CONTEXTE DE REALISATION DES PRESTATIONS D'ANALYSE**

### **Marchés agences et offices de l'eau (AE)**

- Constat d'un climat tendu entre les laboratoires concernant la réponse aux marchés des AE (remise en cause des marchés, concurrence forte).
- Certains laboratoires ne répondent plus aux marchés AE car ils estiment que :
  - leurs possibilités de succès sont trop faibles .
  - les lots sont trop volumineux par rapport à leur capacité. Il est perçu que seuls les gros laboratoires peuvent candidater. Les laboratoires ne répondant plus expriment leur souhait d'avoir un découpage des lots (par familles de substances par exemple).
- Marchés perçus comme complexes pour répondre aux exigences techniques en termes de limites de quantification ou par rapport aux listes très conséquentes de substances :
  - Nécessité de répondre à certaines substances obligatoires des marchés sous peine d'exclusion même si elles ne sont pas effectuées au niveau du laboratoire.

- Exigences plus fortes sur les LQ pour certaines substances réglementées par rapport à celles définies dans l'agrément. Par exemple, exigences de LQ de la liste B des substances de l'arrêté du 15 août 2015 (exigées pour fin 2018) déjà incluses dans des marchés en 2016.
- Demandes de listes complémentaires de substances par rapport aux exigences réglementaires. Pas d'homogénéité entre les AE dans ces listes de substances complémentaires.
  - Questions sur la pertinence de la recherche de certaines substances notamment des composés instables (exemple : famille des dithiocarbamates) ou des énantiomères hors agrément (S-métolachlor) qui demandent des efforts techniques importants (analyse chirale pour les énantiomères).
  - Interrogation sur l'exploitation de ces données et sur l'exploitation des nombreuses informations techniques à fournir.
- Questionnement sur les différences d'évaluation et de notation des marchés selon les critères (techniques, coût, ...).
- Constat d'une disparité de pratiques par rapport aux exigences réglementaires/recommandées :
  - Demande d'une AE d'une analyse de métaux < 63 µm alors que la demande réglementaire est < 2 mm.
  - Pour des appels d'offres récents (remontant à 2 ans), demande pour certains marchés AE de minéralisations totales pour la mesure des métaux dans les sédiments continentaux alors que la pratique recommandée est d'employer de l'eau régale.
- Marchés pas toujours homogènes sur les exigences de rendus des dates relatives aux étapes analytiques en particulier sur la définition de la date de mise en analyse. La date de filtration a été également demandée par une agence mais le champ n'est pas prévu dans EDILABO.
- Disparités d'exigences de gestion entre les AE. Ces disparités entraînent pour le laboratoire des adaptations spécifiques et des développements informatiques conséquents (ex : multiplicité d'unités comme pour les métaux : parfois µg/l parfois µg/l du métal).
- Les blancs de prélèvement ne sont généralement pas inclus dans les marchés et devraient donc être spécifiquement mentionnés et chiffrés afin de pas introduire de concurrence en favorisant les laboratoires ne respectant pas les recommandations des guides AQUAREF ou favorisant les laboratoires réalisant le moins de blancs de prélèvement.

→ Sensibilisation des AE sur tous les points remontés, lors des rencontres annuelles en 2017 et 2018 AE/AQUAREF.

→ Réponses techniques apportées au travers du guide Ministériel<sup>4</sup>.

---

<sup>4</sup> Guide pour la demande de prestation d'échantillonnage et d'analyse physicochimique dans le cadre de la surveillance DCE », ministère de la Transition écologique et solidaire, 2018

## Positionnement sur les marchés de surveillance

- Importance pour les laboratoires de se positionner sur certains marchés (STEU notamment), en termes d'image, afin de pouvoir conserver leur(s) client(s) régulier(s).
- Inquiétude de nombreux laboratoires sur leur capacité à maintenir une offre compétitive sur les polluants organiques à court et moyen termes.
- Questionnement sur l'équité entre laboratoires en lien avec l'accréditation et l'agrément (par exemple sur les pratiques en termes de validation de méthodes de certains laboratoires qui ne seraient pas représentatives des analyses de routine).
- Questionnement par des laboratoires français sur de la distorsion de concurrence pour les exigences d'accréditations/agréments par rapport aux pratiques des laboratoires européens.

(N.B. lors de la visite d'un laboratoire étranger, il a été indiqué par le laboratoire à AQUAREF :

- qu'un audit spécifique était pratiqué par les auditeurs du pays local pour l'agrément Français
- que les substances agréées avaient été validées selon les niveaux d'exigences locaux mais que les limites de quantification de ces substances agréées avaient été vérifiées selon la définition de l'agrément (compatible avec les exigences de la NF T 90-210)).

→ La très forte concurrence entre les laboratoires implique que des règles claires de pratiques techniques devraient être émises ou renforcées afin de pouvoir faire respecter l'égalité entre les laboratoires (par exemple mise en œuvre de contrôles qualité, pour les études de stabilité, ...). Cela pourrait notamment être effectué via des travaux de normalisation à l'exemple de la XP T 90-214 qui a permis de définir des règles d'évaluation pour les analyses par spectrométrie de masse. Une norme sur la mise en œuvre des études de stabilité est également en cours d'élaboration.

→ Le climat très concurrentiel entre les laboratoires, les lots souvent trop volumineux des marchés pour les petits laboratoires entraînent un risque de réduction du nombre de laboratoires dans certains domaines d'activités. Il a été constaté que les analyses sur les eaux de rejets (pour les marchés STEU), les sédiments ou les biotes, par exemple, étaient concentrés sur un nombre réduit de laboratoires (de 2 à 5). Certains laboratoires, estimant qu'ils n'ont pas les capacités ou qu'ils ont pris trop de retard ne se positionnent plus sur certains domaines. Ce manque de diversité pourrait, à moyen terme, entraîner un manque de concurrence pour les laboratoires « leader » de leur domaine, et une diminution du volume d'activité des différents laboratoires locaux avec, par conséquent, la perte de la proximité et de la connaissance des sites.

### 3.3 ASPECTS TECHNIQUES

#### Substances pertinentes de l'arrêté du 07 août 2015

- Les laboratoires ont fait remonter des listes de substances problématiques d'un point de vue analytique, sur la liste B de l'arrêté de 07 août 2015 (matrices eau et sédiment).

→ Ces listes de substances ont été compilées et sont disponibles dans un tableau en annexe 2 de ce document. Pour chaque substance par matrice, il a été indiqué si les difficultés remontées concernaient les limites de quantification (LQ), le développement de la méthode, une problématique de contamination ou d'instabilité des substances. Le nombre de laboratoires ayant fait remonter un problème est cité pour chaque substance.

## **Pratique analytique des laboratoires par rapport aux exigences réglementaires d'analyse de l'eau brute**

- Pour les substances analysées par chromatographie en phase liquide couplée à de la spectrométrie de masse en tandem (LC/MS/MS) :
  - Utilisation par certains laboratoires de l'extraction liquide/liquide qui permet de répondre aux exigences réglementaires de l'analyse de l'eau brute.
  - Pratique la plus courante par les laboratoires : l'injection directe ou, si un besoin de plus de sensibilité est nécessaire, l'extraction sur cartouche en ligne (SPE en ligne) ; ces 2 techniques permettent d'éviter une étape de préparation d'échantillon par des opérateurs et sont, par conséquent, plus pratiques à mettre en œuvre pour les laboratoires.

Dans cette situation, on constate un manque d'harmonisation des rendus de résultats entre les laboratoires pour un même principe analytique :

- Rendu du résultat comme étant de l'analyse de la fraction dissoute (ce qui est le cas, mais contraire aux exigences réglementaires d'une analyse de l'eau brute).
  - Rendu du résultat comme étant de l'analyse de l'eau brute (ce qui n'est pas considéré comme étant le cas par AQUAREF). Certains laboratoires considèrent que les polluants analysés par cette technique ne sont (majoritairement) pas présents sur les matières en suspension.
- Demande de laboratoires à AQUAREF de définir des recommandations (sur des bases expérimentales/bibliographiques) sur la possibilité d'analyser directement la fraction dissoute pour certains polluants.

→ Action AQUAREF 2018 « Etude de l'impact de la fraction analysée et de la filtration pour la surveillance : Etude de l'impact de la filtration sur la quantification de paramètres organiques dans les eaux dans la perspective d'une évolution de la surveillance ».

### **Seuil de coupure pour l'analyse séparée des phases dissoute et particulaire**

- Les recommandations de seuil de coupure émises dans le guide AQUAREF sont différentes selon les familles de molécules. Les laboratoires considèrent que cela est problématique par rapport à une application pour des analyses de routine mettant en œuvre des méthodes multirésidus.

→ Le seuil de coupure est issu des documents normatifs examinés lors de l'élaboration d'un rapport AQUAREF<sup>5</sup> et est fonction des composés à analyser.

### **Eaux résiduaires**

- Difficulté technique importante pour l'analyse des eaux résiduaires à cause de la très grande variété et complexité des différentes eaux résiduaires.
- Difficulté à trouver des matrices représentatives vierges des substances d'intérêt pour la validation de méthode.

→ Préconisation d'utiliser les exemples fournis par la FD T 90-230. Confirmation de la part du COFRAC sur la validité de cette pratique.

---

<sup>5</sup> Amalric L., Cabillic J., Lardy-Fontan S., Strub M.-P. (2011) -Note de synthèse sur les méthodes d'analyse des substances organiques compatibles DCE. Rapport final. BRGM/RP-59499-FR, 104 p., 18 ill., 4 ann.

- Pas de possibilité de rendre sous accréditation le résultat obtenu pour l'analyse de la phase particulaire, et le rendu du résultat agrégé des analyses des phases dissoute + particulaire, lors de l'analyse des échantillons avec un taux de MES > 250 mg/L.

→ Discussion avec la DEB pour demande de mise en place d'une accréditation par le COFRAC.

### **RSDE STEU**

- Absence de concertation avec les laboratoires lors de l'élaboration de la note RSDE STEU<sup>6</sup>.
- Les exigences techniques fortes en termes de LQ et de complexité de matrices notamment pour les eaux d'entrée ont nécessité de mobiliser des moyens humains et matériels importants en R&D pour les laboratoires (besoin d'adapter les méthodes) avec un temps très court pour effectuer les développements entre la sortie de la note et le début des campagnes. Ce temps trop court selon les laboratoires n'a pas permis d'aboutir à des méthodes robustes sur certains paramètres de la note RSDE STEU dans les eaux d'entrées.
- Validation de méthode (incluant la validation de LQ) parfois mise en œuvre sur des matrices d'eaux résiduelles de faible complexité matricielle. Les performances obtenues ne sont cependant pas représentatives et transposables à la complexité et variété des échantillons « réels » de STEU.
- Doute de certains laboratoires sur la fiabilité des résultats qui vont être produits pour la campagne RSDE STEU.

### **Boues**

- Des appels d'offres ont été récemment (2018) lancés par les AE sur la matrice « boue ». Les LQ demandées dans ces appels d'offre sont variables d'une agence à l'autre et certaines LQ semblent pour les laboratoires impossibles à respecter techniquement dans un contexte d'analyse de routine.

### **Biote**

- les laboratoires ont indiqué qu'ils n'étaient pas suffisamment informés sur la surveillance biote notamment sur les points portant sur :
  - Les espèces suivies (remarque en 2016).

→ La note technique ministérielle du 26 décembre 2017 a défini les espèces suivies.

- L'accréditation (à quel type d'accréditation vont se rattacher les analyses biote).

→ Les travaux sur l'accréditation ont été gelés suite au départ du chargé de mission AFB qui s'occupait de cette question mais ils vont reprendre en 2019.

- Difficulté à transposer directement les méthodes utilisées dans le cadre du suivi alimentaire à cause des exigences de LQ plus fortes dans le domaine de l'environnement.

---

<sup>6</sup> Note technique du 12 août 2016 relative à la recherche de micropolluants dans les eaux brutes et dans les eaux usées traitées de stations de traitement des eaux usées et à leur réduction - NOR : DEVL1620663N

- Difficultés pour trouver des matrices vierges pour la validation des méthodes et utilisation de matrices du milieu marin qui sont moins contaminées.
- Les EIL organisés par Quasimeme ou par des organismes norvégiens dans le cadre du milieu marin sont suivis par certains laboratoires français.

## Sédiments

→ Globalement, le constat fait par AQUAREF est que peu de laboratoires travaillent actuellement dans les sédiments sur les nouvelles substances réglementées par l'arrêté du 07 août 2015.

## Stabilité

- Les valeurs recommandées par AQUAREF sur les consignes de température à réception ( $5 \pm 3C^{\circ}$ ) (reprises des exigences normatives) sont parfois très contraignantes, surtout dans le cas d'échantillons provenant des DROM. Les laboratoires demandent s'il est possible de déroger à ces recommandations si des études démontrent la stabilité des paramètres concernés.
- Pour le suivi des micropolluants organiques, certains laboratoires préfèrent ne pas recommander la stabilisation sur site de crainte d'une mauvaise maîtrise/pratique par les préleveurs entraînant notamment des risques de contamination des échantillons. Ces laboratoires préfèrent privilégier le fait de respecter un temps de transport court afin de préserver au maximum l'intégrité de l'échantillon.
- Attente des laboratoires sur une harmonisation des pratiques des études de stabilité. En effet, les pratiques différentes de mesure de la stabilité entraînent une faible comparabilité des données produites. De plus, cela peut avoir un impact dans le contenu technique d'une réponse à un appel d'offres et conduire à une inégalité de traitement. Afin d'optimiser les coûts, certains laboratoires ont fait part de leur volonté de partager les informations sur les résultats de ce type d'étude et d'être impliqués dans les travaux en cours (voir ci-dessous).

→ Un document AQUAREF établissant des lignes directrices sur la conduite des études de stabilité a été publiée en 2016. Sur la base de ce document, des travaux normatifs en T90Q sont en cours.

- Questionnement par les laboratoires sur la pertinence à surveiller des substances instables (voir point sur les marchés AE) ;

→ AQUAREF a demandé aux laboratoires de faire remonter les informations qu'ils ont acquises sur l'instabilité des substances afin :

- d'évaluer la pertinence des substances surveillées au-delà des listes réglementaires.
- d'étayer les propositions d'élimination des listes réglementaires de ces substances instables.
- de faire évoluer ces listes avec l'ajout de produits de dégradation.

→ En collaboration avec l'ANSES, une consultation des laboratoires va être effectuée en 2019 sur ce sujet.

## **Étalons analytiques**

- Globalement, une amélioration de la qualité des étalons a été observée.
- Retour de laboratoires sur le fait que des étalons de certains fournisseurs sont peu fiables, notamment des mélanges à façon. Demande à AQUAREF de définir des exigences sur les étalons.
- Les étalons analytiques de certains composés pharmaceutiques (psychotropes notamment) sont difficiles et longs à obtenir car ils sont soumis à autorisation.
- Souhait de laboratoires qu'AQUAREF puisse fournir ou garantir des solutions étalons pour les substances problématiques.

→ AQUAREF travaille régulièrement sur la problématique des étalons (alkylphénols, diéthylplomb, ...) selon les retours des laboratoires ou les observations lors des développements de méthodes. Il n'est pas dans les missions d'AQUAREF de pouvoir imposer aux fournisseurs des exigences sur les étalons. Des recommandations sur la vérification de la pureté des étalons sont émises dans le guide analyse AQUAREF<sup>7</sup>.

## **Calcul des sommes de substances**

- Nombreux retours de laboratoires sur une position à adopter pour les calculs des sommes.

→ Une note AQUAREF a été rédigée en 2018 pour émettre des recommandations sur le calcul des sommes<sup>8</sup>.

## **Incertitudes analytiques**

Aucune difficulté particulière n'a été remontée.

## **Nouvelles techniques d'extractions/analyses**

- SPE en ligne : technique utilisée en routine par des laboratoires pour l'analyse de substances hydrophiles.
- SBSE : étude de faisabilité en cours par des laboratoires. Un laboratoire est accrédité avec cette technique et l'utilise beaucoup.
- SPE disque : technique peu utilisée par les laboratoires principalement par manque d'équipement adapté à une automatisation pour des traitements de nombreux échantillons. Deux laboratoires l'utilisent notamment dans la cadre de méthodes normalisées sur les substances DCE mettant en œuvre cette technique.
- QuEChERS : pour les laboratoires visités en 2016 et 2017, c'était une technique peu considérée pour l'analyse environnementale même si elle était utilisée dans le cadre des analyses agro-alimentaires par ces mêmes laboratoires. Quatre laboratoires vus en 2018 ont indiqué qu'ils l'utilisaient ou envisageaient de l'utiliser dans les analyses environnementales.
- Couplage avec analyseur de masse haute résolution : uniquement utilisé en GC-HRMS par de l'analyse ciblée (dioxines notamment).

---

<sup>7</sup> Guide analyse AQUAREF- Opérations d'analyse physico-chimique des eaux et des sédiments en milieu continental dans le cadre des programmes de surveillance DCE- 2018

<sup>8</sup> JP Ghestem, P Moreau, S. Lardy-fontan, B. Lalere, F. Lestremau, A Yari, A. Grouhel – Réalisation de sommes de résultats dans un contexte de surveillance environnementale DCE et de surveillance des rejets – Rapport AQUAREF 2017

Intérêt de 3 laboratoires pour les approches d'analyses non-ciblées (ou suspect). Les laboratoires questionnent sur le risque pour la mise en production et sur la définition du cadre pour la confirmation/validation des informations obtenues.

- Echantillonneurs intégratifs passifs (EIP) : Deux laboratoires les utilisent déjà dans des contextes spécifiques ; Beaucoup sont intéressés et maintiennent une veille dans ce domaine (2 ont notamment participé à la journée technique EIP proposée par AQUAREF). Pour investir dans cette approche, ils sont en attente de voir si elle sera intégrée dans la surveillance réglementaire, ce qui entraînerait l'ouverture de marchés.

### **3.4 CONNAISSANCE ET UTILISATION DES PRODUCTIONS D'AQUAREF, RELATIONS AVEC AQUAREF**

#### **Connaissance générale des travaux d'AQUAREF**

- Connaissance des travaux mais souvent de façon partielle et très variable selon les laboratoires et le personnel (au sein d'un même laboratoire, certains sont relativement bien informés sur des points particuliers mais d'autres pas du tout).
- Les fiches méthodes et les guides techniques sont les documents les plus connus.
- Le moteur de recherche AQUAREF est considéré comme peu efficace.
- Absence regrettée de document en anglais pour le laboratoire étranger.

→ Poursuivre la communication vers les laboratoires pour mieux faire connaître les productions AQUAREF (participation aux réunions d'associations de laboratoires, journées techniques, lettre d'actualités AQUAREF, ...).

→ Projet de mise en place d'une animation du réseau des laboratoires agréés en 2019, sous le pilotage de l'AFB.

#### **Travaux techniques**

- Les fiches méthodes servent de point de départ des développements des laboratoires, mais sont parfois perçues comme peu adaptées à des analyses de routine (nombre élevé d'étalons internes, multiplicité des étapes de purification...).
- Les travaux techniques AQUAREF devraient couvrir plus de méthodes « multirésidus » pour se rapprocher des pratiques des laboratoires.
- Ces travaux devraient être consacrés à une plus grande diversité de matrices, notamment les eaux résiduaires (particulièrement les eaux d'entrées en support du RSDE STEU).
- Certains laboratoires ont souhaité être associés aux travaux techniques AQUAREF.

→ Les programmes AQUAREF 2018 et 2019 ont intégré des travaux techniques sur les eaux résiduaires, en rapport aux problématiques STEU.

→ Ambiguïté pour AQUAREF qui n'a pas pour mission de proposer des méthodes de référence officielles mais qui s'attache à développer des méthodes pour des paramètres orphelins de norme ou délicats à analyser afin de démontrer leur faisabilité technique en cohérence avec les limites de quantification cibles.

→ Les laboratoires ne sont pas associés aux travaux techniques afin de pas créer un risque de distorsion de concurrence.

## **Relations avec AQUAREF**

- Volonté de la part de certains laboratoires à participer sur une base collégiale à des problématiques stratégiques ou métrologiques (stabilité, développements de méthodes, ...).
- Méconnaissance par les laboratoires du fonctionnement, des missions, du champ d'intervention d'AQUAREF. AQUAREF n'est pas toujours perçu comme un interlocuteur pouvant être saisi pour des questions techniques, notamment en raison d'un questionnement quant à la confidentialité des échanges dans un contexte très concurrentiel.

➔ Clarifier lors des rencontres avec les laboratoires les rôles des différents intervenants dans l'environnement et notamment d'AQUAREF.

## **Statut d'AQUAREF et de ses travaux**

- Question sur le statut des documents et sur l'expertise d'AQUAREF : les laboratoires ont demandé si une position technique d'AQUAREF pouvait être utilisée comme référence dans les audits de laboratoire et dans le cadre de l'accréditation.
- Une partie des laboratoires est favorable à ce qu'AQUAREF fournisse des méthodes officielles comme les laboratoires de référence le font en alimentation/santé animale, d'autres sont opposés à cela pour laisser de la souplesse méthodologique aux laboratoires.
- Les laboratoires ont indiqué qu'AQUAREF devrait avoir un rôle d'alerte ou de conseil auprès du COFRAC sur l'acceptabilité de certains points techniques dans le cadre de l'accréditation (par exemple sur les questions d'écart à la norme, méthodes reconnues vs. méthodes internes,...). Selon les laboratoires, les positions AQUAREF devraient in fine pouvoir être opposables en évaluation COFRAC.

➔ AQUAREF, consortium technique et scientifique est reconnu comme laboratoire National de référence pour la surveillance chimique et biologique des milieux aquatiques par le SNDE. Les documents produits par AQUAREF ne sont cependant pas d'application obligatoire (à l'exclusion des cas où réglementation sur la surveillance des milieux aquatiques le stipulerait spécifiquement et explicitement).

#### **4. POINTS D' ACTIONS IDENTIFIES PAR AQUAREF**

Cette partie adresse un constat sur certains aspects remontés et identifie certains points d'actions potentiels auxquels sont associés les organismes concernés.

<b>Point concerné</b>	<b>Constat</b>	<b>Points d'action envisageables</b>	<b>Organisme concerné</b>
Rôle des institutionnels	Manque de visibilité sur le rôle des acteurs institutionnels de la surveillance environnement.	Poursuivre les exercices de présentation des activités respectives lors des manifestations consacrées à la surveillance des milieux aquatiques	AQUAREF/AFB/DEB
Textes réglementaires	Sentiment de manque de reconnaissance et d'implication par les acteurs institutionnels envers les laboratoires prestataires notamment dans la consultation et préparation de certains textes réglementaires (ex : RSDE STEU)	Renforcer les interactions DEB/Laboratoires prestataires via des consultations	AQUAREF/DEB
Rôle de l'agrément et mise en œuvre	Questionnement sur son utilisation dans les surveillances (demandes clients, restitutions rapport d'essai) Délais d'instruction trop long Méconnaissance de certaines règles d'agrément Difficultés de saisies sur LABEAU	Précisions sur les règles à l'occasion de la révision de l'arrêté agrément Création d'une FAQ par rapport aux règles non-spécifiées par l'agrément ou à préciser Réflexion sur l'outil de saisies des données	AFB/DEB
Mise en œuvre de la surveillance	Cadre concurrentiel fort sur les marchés. Question sur l'équité des laboratoires et sur les déclaratifs sur les marchés qui peuvent engendrer le risque qu'ils seront difficilement applicables en routine.	Des règles claires (via les textes réglementaires, normes encadrant les pratiques, ...) doivent être émises afin de garantir l'équité entre les laboratoires.	DEB/AFB/AQUAREF
Evolution de la surveillance	Difficultés des laboratoires à répondre aux évolutions de la surveillance	Inclure les laboratoires dans la préparation des textes réglementaires Communiquer les informations au plus tôt aux laboratoires sur les possibles évolutions de la surveillance afin qu'ils puissent mieux anticiper leur positionnement/développement	DEB/AQUAREF/AE

## **5. CONCLUSION**

Les 12 visites de laboratoires effectuées par AQUAREF entre 2016 et 2018 ont permis :

- de créer auprès de ces laboratoires un climat d'échange ouvert. Les laboratoires ont accueilli positivement ces visites. AQUAREF a également apprécié l'accueil et la nature des échanges avec les laboratoires.
- de leur permettre d'exprimer les difficultés rencontrées dans les divers aspects, techniques, contractuels, relationnels liés à la surveillance dans le cadre des marchés.
- de pouvoir identifier divers points d'actions liés la diffusion des informations vers les laboratoires, à apporter des points d'orientation pour les futurs programmes AQUAREF ou à d'établir des points d'alertes sur certains risques qui pourraient impacter la qualité des données de surveillance.

Le principe des visites de laboratoires devrait être amené à se renouveler à des rythmes concordant avec les évolutions majeures de la surveillance régulière des milieux aquatiques.

## **6. LISTE DES ANNEXES**

<b>Repère</b>	<b>Désignation</b>
Annexe 1	Présentation AQUAREF lors des visites de laboratoires
Annexe 2	Liste des substances problématiques remontées par les laboratoires lors des visites

# **ANNEXE 1**

---

Présentation AQUAREF lors des visites de laboratoires



## Visite de laboratoires agréés

### AQUAREF

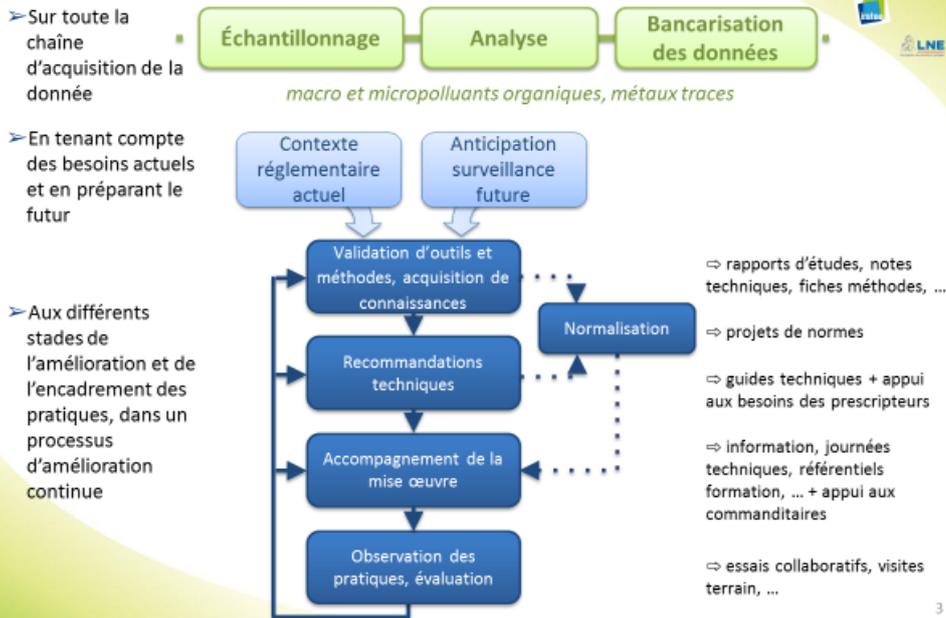
#### AQUAREF Des missions confiées par les pouvoirs publics

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

#### Un rôle d'interface entre les acteurs de la surveillance



## Améliorer la qualité des données



3

## Contexte réglementaire

Recensement substances émergentes

Priorisation Substances

Campagnes amélioration des connaissances

Campagne exceptionnelle 2011(ESO)  
Etude exploratoire ONEMA 2012 (ESU ESO), AFB 2018 (ESU)  
Liste de vigilance ESU 2016-2017 (ESU)  
RSDE STEU 2018

Listes réglementaires surveillance régulière

arrêté « surveillance » du 07/08/15  
« nouvelles » substances prioritaires DCE, PSEE,  
SPAS,...

Mise en place de la surveillance régulière

4

## Contexte des visites de laboratoires

- **Rappel : visites laboratoires 2010**

- 8 laboratoires visités par AQUAREF sous couvert de l'ONEMA
- Un rapport (anonyme) sur les 8 visites de l'année, à diffusion publique.
- Présentation des évolutions de l'agrément, directive QAQC, ...

- **En 2016-2018 ces visites ont pour but d'engager dans la durée des discussions entre AQUAREF et les laboratoires prestataires sur :**

- l'application des exigences réglementaires pour la surveillance des masses d'eau et des rejets
- les points techniques problématiques identifiés par les laboratoires ou AQUAREF

- **Ces visites ne sont pas:**

- des audits
- susceptibles de déboucher sur des sanctions

➔ **alimenter les programmes d'actions AQUAREF, faciliter la mise en œuvre opérationnelle de la surveillance et les échanges entre les acteurs de la surveillance**

5

## Contexte des visites de laboratoires

- **Sélection des laboratoires**

- Par l'ONEMA sur la base de critères établis par ONEMA/AQUAREF
  - objectif de représentativité de taille, public/privé, prestataires AE ou non, ...
  - laboratoires agréés pour la mesure de micropolluants dans les eaux (pas uniquement physico-chimie ou majeurs)

- **Nombre de visites**

- 2016: 3 laboratoires
- 2017: 4 laboratoires
- 2018: 5 laboratoires

- **Intervenants**

- AQUAREF: LNE, BRGM, INERIS
- Participation ONEMA/AFB pour certaines visites

6

## Rapport de visite et diffusion

- **Rapport de visite**
  - Elaboré après chaque visite par AQUAREF
  - Diffusion au laboratoire visité, AFB, DEB
- **Rapport de synthèse**
  - Rapport étape 2016 et 2017, final 2018
  - Anonymat des laboratoires visités

7

## Champ des discussions

- **Thématiques**
  - Principalement analytiques
  - Echantillonnage en lien avec les aspects laboratoires (délais de conservation, contamination, ...)
  - Echanges de données, SANDRE, ...
- **Matrices environnementales des programmes de surveillance des masses d'eau et des rejets**
  - Eaux douces (superficielles et souterraines)
  - Eaux salines
  - Eaux résiduaires
  - Sédiments
  - (Biote)

8

## Travaux AQUAREF

- Connaissance des travaux AQUAREF?
  - Fiches méthodes
  - Rapports techniques
  - Journées techniques
  - Essai interlaboratoire
  - Guides de recommandations pour la surveillance
  - Autres travaux
- Suggestions pour faire évoluer le site AQUAREF
- Besoins appuis aux laboratoires?

9

## Difficultés techniques vis-à-vis de l'agrément

- Mise en application de l'avis agrément 2015
  - Substances à difficulté analytique particulière ?
  - En fonction des matrices ?
  - Difficultés sur mise en place LQ début de cycle ?
  - Difficultés sur LQ exigées pour fin 2018 ?
- Difficultés sur codification Sandre
  - Substances énantiomères (métolachlore, ...)
  - Fraction d'analyse des sédiments
  - Alkylphénols, organoétains,...
  - Autres questions liées à la codification SANDRE

10

## Difficultés techniques vis-à-vis de l'agrément

- Réception d'échantillons prélevés sous accréditation : difficultés ?

- Rapport avec référence à l'agrément ?

- Disponibilité des CIL ?

- Démarche de recherche des CIL ?
- OCIL européens ?
- Besoins prioritaires ? CIL AQUAREF ?

- Autres difficultés (incohérences, erreurs, ...) ?

- Divergences santé/environnement

11

## Difficultés techniques dans la relation avec les gestionnaires (AE/OE)

- Différences d'exigences entre gestionnaires?

- Filtration sur site, fraction sédiment, différences dans la codification ou identification des substances (AKP ?)
- Autres différences techniques dans les Cahiers des Charges ?

- Pratique et position du laboratoire sur l'analyse des polluants organiques sur eaux brutes/filtrées/décantées

- Injection directe, extraction en ligne vs exigence d'analyse sur eau brute ?
  - » Quelles classes de substances ?
  - » Quelles matrices (limite de taux de MES ?)
- Position du laboratoire sur les exigences/recommandations de séparation des phases particulières et dissoutes en fonction des couples substances/matrices (MES)
  - » Milieu naturel ? Rejets (ex : note 18/06/2016 RSDE-STEU) ?
  - » Faisabilité ? Organisation opérationnelle ?

12

## Difficultés techniques dans la relation avec les gestionnaires (AE/OE)

### • Respect des délais «d'analyse», «de mise en analyse», « de réception» ?

- Définition de ces « délais » (Laboratoire/ Gestionnaire )
- Travaux propres du laboratoire sur la stabilité ? Méthodologie utilisée ?
- Mutualisation des connaissances entre laboratoires nationaux ?
- Substances instables vs liste réglementaire (suppression des listes, méthodes de stabilisation, ...)
- Analyses DOM ?

13

## Autres difficultés

### • Analytiques

- Etalons analytiques : disponibilité des étalons, problèmes de pureté, problèmes de nomenclature, ...
- Spécificités liées aux matrices
  - » « nouvelles » matrices : sédiments, biotes
  - » Matrices rejets: difficultés, spécificités
  - » Difficultés en termes de validation (référentiel, matrices représentatives, ...)
- Contamination (laboratoire / échantillonnage)
  - » Principales substances à risque identifié
- Problèmes de coélution ?

14

## Autres difficultés

- Restitution des résultats

- Problématique des sommes ?

- » Exemples de paramètres

- Ex : isomères (HCH, endosulfan, xylènes, ...)
      - Familles (PBDE, heptachlore/epoxyde, ...)

- » Pratiques du laboratoire ?

- Prise en compte des Res inf à LQ ?

- Incertitude associée aux résultats de mesure ?

15

## Autres difficultés

- Contrôle Qualité

- Incertitudes norme 11352 / MUKIT

- Disponibilité et utilisation MRC

- EIL (cf point précédent)

- Normalisation ?

- Besoins identifiés par le laboratoire

- Retour d'expérience norme « multirésidu »

16

## Nouvelles techniques analytiques ou de surveillance



- Position du laboratoire sur ces « nouvelles » techniques?
- Besoins ?
  - « Nouvelles » techniques d'extraction : SBSE, extraction par disque, QuEChERS
  - Utilisation/analyse échantillonneurs intégratifs passifs
    - » Avez-vous répondu à l'enquête CAPTIVEN AQUAREF ?
    - » Etes vous intéressés par formation/JT ?
  - Utilisation analyseur masse haute résolution:
    - » Analyse ciblée si oui pour quels paramètres ?
    - » Analyse suspect si oui dans quels contextes ?
    - » Analyse non ciblée si oui pour quels paramètres ?
    - » Etes vous intéressés par formation/JT ?

17



## Autres points de discussion ?

18



## **ANNEXE 2**

---

Liste des substances problématiques remontées par les laboratoires lors des visites



Les problèmes remontés par substances par les laboratoires ont été classés en 4 catégories : ceux concernant l'atteinte des limites de quantification réglementaires (par défaut par rapport aux LQ des listes B<sup>9</sup> pour les substances pertinentes), des difficultés lors du développement de méthode, des problèmes observés de stabilité ou de contamination. La colonne « fréquence citation » indique le nombre de laboratoires ayant fait remonter un problème pour chaque substance/matrice.

a) Surveillance dans les eaux douces

Sandre	Molécules	LQ	Développement	Stabilité	Contamination	Fréquence citation
1084	Cyanures libres				X	
1105	Aminotriazole	X				2
1108	Atrazine déséthyl	X				
1109	Atrazine déisopropyl	X				
1113	Bentazone			X		
1129	Carbendazime	X				
1139	Cymoxanil		X	X		
1148	para-para-DDT	X				
1149	Delthametrine	X				3
1150	Déméton-O	X				
1158	Dibromochlorométhane	X				
1172	Dicofol			X		2
1173	Dieldrine	X				2
1176	Dinoterbe				X	2
1178	Endosulfan A	X				
1179	Endosulfan beta	X				
1181	Endrine	X				
1191	Fluoranthène	X				
1199	Hexachlorobenzène	X				
1201	HCH bêta	X				
1204	Indéno (123c) Pyrène	X				2
1206	Iprodione			X		2
1210	Malathion	X				
1230	Ométhoate	X				
1253	Prochloraze	X				
1271	1,1,2,2-tétrachlorethane	X				2
1276	Tétrachlorure de carbone	X				
1278	Toluène	X				
1315	Indice permanganate acide à chaud				X	2
1359	Cyprodinil	X				
1368	Argent	X				

<sup>9</sup> Avis du 14 avril 2018 relatif aux limites de quantification des couples « paramètre-matrice » de l'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques

Sandre	Molécules	LQ	Développement	Stabilité	Contamination	Fréquence citation
1377	Bérylium	X				2
1390	Cyanures ttx	X			X	
1393	Fer	X				
1462	n-Butyl Phtalate (di-butyl phtalate)	X				
1465	Acide monochloroacétique	X				
1480	Dicamba	X				
1498	Dibromoéthane-1,2	X				
1512	Méthyl tert-butyl Ether	X				
1527	Diéthyl phtalate	X				2
1530	Bromure de méthyle	X				
1577	Dinitrotoluène-2,6	X				
1578	Dinitrotoluène-2,4	X				2
1638	Methylphenol-4 (p-cresol)	X				2
1650	4-chlorophenol					2
1662	Sulcotrione	X				
1699	Diquat		X			
1708	Piclorame	X				
1709	Piperonyl butoxyde	X				
1738	Dibromoacétonitrile	X				
1743	Endosulfan	X				
1753	Chlorure de vinyle	X				2
1774	Trichlorobenzène	X				
1780	Xylène	X				
1796	Métaldéhyde	X				3
1814	Diflufenicanil	X				
1816	Fosetyl	X				
1830	Desethyldeisopropylatrazine	X				2
1888	Pentachlorobenzène	X				
1892	Rimsulfuron	X				
1903	Acétochlore	X				2
1913	Thifensulfuron méthyl	X				
1935	Cybutrine	X				
1955	C10-C13-CHLOROALCANES	X				2
1959	4-tert-octylphénol	X				3
1965	Asulame					
1975	Foséthyl aluminium	X				2

Sandre	Molécules	LQ	Développement	Stabilité	Contamination	Fréquence citation
2076	Mesotrione	X				2
2629	Ethynil Oestradiol	X				
2766	Bisphénol-A	X				
2879	Composés du tributylétain (Tributylétain cation)	X				2
2986	Imazamox	X				2
5296	Carbamazepine	X				
5347	PFOA	X				2
5350	Ibuprofène				X	2
5356	Sulfamethoxazole	X				
5374	Lorazepam					
5396	Estrone	X				2
5400	Norethindrone	X				
5424	Sotalol	X				
5537	Hexachlorocyclohexane	X				
5554	Chlormequat	X				
5597	Daminozide	X				
5645	Hydrazide maleique	X	X			
5977	PFHpa	X			X	3
5978	PFHxa	X				
5978	Acide perfluoro-n-hexanoïque (PFHxA)	X				
6219	Perchlorate	X				
6509	Acide perfluoro-decanoïque (PFDA)	X				2
6519	Caféine	X			X	
6520	Cotinine	X				
6522	Erythromycine	X				
6533	Ofloxacin	X				
6540	Ciprofloxacine	X				
6550	PFDS	X			X	
6550	Acide perfluorodecane sulfonique (PFDS)	X				2
6561	PFOS	X			X	
6577	Chlordecone-5b-hydro	X				2
6616	Di(2-ethylhexyl)phtalate				X	2
6618	Galaxolide	X			X	2

Sandre	Molécules	LQ	Développement	Stabilité	Contamination	Fréquence citation
6660	Tolyltriazole	X				2
6720	Tramadol	X				
6725	Carbamazepineepoxide	X				2
6731	Metronidazole	X				
6733	Cyclophosphamide	X				
6735	Acide acetylsalicylique	X				
6751	1,7-Dimethylxanthine	X				
6755	Metformine	X	X			
6800	Alachlore ESA	X				
6824	N,N-Dimethyl-N'-p-tolylsulphamide (DMST)	X				
6830	PFHS (PFHxS) (Perfluorohexanesulfonic acid)	X				
6842	Carboxyibuprofen	X				
6853	Métolachlore OXA	X				2
6854	Métolachlore ESA	X				2
6855	Alachlore OA	X				
6856	Acetochlore ESA	X				
6862	Acetochlore OA	X				
7012	2-Hydroxy Ibuprofen	X				
7136	Acetazolamide	X				2
7140	Midazolam	X				
7141	1,3,5-Benzenetriol	X				
7146	DDT total (Somme du DDDpp', DDEpp', DDTop', DDTpp')	X				
7543	Benzotriazole	X				
7594	Bisphenol S	X				2

b) Surveillance dans les sédiments

Sandre	Molécules	LQ	Développement	Stabilité	Contamination	Fréquence citation
1094	Lambda Cyhalothrine	X				
1149	Deltaméthrine	X				
1234	Pendimethaline	X				
1814	Diflufenicanil	X				
1924	Benzylbutylphthalate (BBP)	X			X	
1936	Tétrabutylétain (cation)	X				
1952	Oxyfluorène	X				
2542	Monobutylétain cation	X				
2610	4-ter-butylphenol	X				
3383	Dodecylphenol		X			
5325	Diisobutylphthalate	X			X	
5360	Clotrimazole	X				
5921	Tetraméthrine	X				
6215	Diisononyl phtalate	X	X		X	2
6372	Triphenyltin cation	X				
6618	Galaxolide	X			X	2
6657	Tetrabromobisphenol A bis(2,3-dibromopropyl ether)		X			
6658	Diisodecyl phtalate	X	X		X	2
6716	Amiodarone		X			
6989	Triclocarban	X				
7020	Plomb diethyl		X			2
7074	Dibutylétain-cation	X				
7101	4-sec-Butyl-2,6-di-tert-butylphenol	X				
7118	Diosgenin		X			
7131	Tetrabromobisphenol A (TBBPA)		X			
7495	Diphenyltin cation	X				
7497	Monophenylétain cation	X				

c) Surveillance dans les eaux résiduaire

Sandre	Molécules	LQ	Développement	Stabilité	Contamination	Fréquence citation
1105	Aminotriazole	X	X			3
7128	Hexabromocyclododecane	X				
1506	Glyphosate	X	X			3
1796	Métaldéhyde	X	X			
1882	Nicosulfuron	X	X			
1907	AMPA	X	X			
1172	Dicofol	X	X			