

Propositions de limites de quantification pour l'analyse de micropolluants en eau douce

SUBSTANCES NE FAISANT PAS PARTIE DE L'AVIS AGREMENT MEDDE 2015

J.P. Ghestem (BRGM), S. Lardy-Fontan (LNE),
F. Lestremau (INERIS), E. Lionard, M. Coquery (IRSTEA)
Avec la collaboration de L. Amalric et A. Togola (BRGM)

Janvier 2016

Programme scientifique et technique
2015



Avec le soutien de



et de



Contexte de programmation et de réalisation

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2015.

Auteurs :

Jean-Philippe Ghestem
BRGM
jp.ghestim@brgm.fr

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

François Lestremau
INERIS
Francois.LESTREMAU@ineris.fr

Eva Lionard
IRSTEA
eva.lionard@irstea.fr

Marina Coquery
marina.coquery@irstea.fr

Avec la collaboration de

L Amalric
l.amalric@brgm.fr
et
Anne Togola
a.togola@brgm.fr
BRGM

Relecture :

Christine Féray
INERIS
Christine.feray@ineris.fr

Les correspondants

Onema : Isabelle Barthe-Franquin, DCIE, isabelle.barthe-franquin@onema.fr

Etablissement : Jean-Philippe Ghestem, BRGM, jp.ghestim@brgm.fr

Référence du document : J.P. Ghestem, S. Lardy-Fontan, F. Lestremau, E. Lionard, M. Coquery, Propositions de limites de quantification pour l'analyse de micropolluants en eau douce - Substances ne faisant pas partie de l'avis agrément MEDDE 2015, Rapport AQUAREF 2015 - 30 pages

Droits d'usage :	Accès libre
Couverture géographique :	International
Niveau géographique :	National
Niveau de lecture :	Professionnels, experts
Nature de la ressource :	Document

1. CONTEXTE ET OBJECTIFS	4
2. METHODOLOGIE.....	5
2.1 Liste de substances	5
2.2 Démarche adoptée	5
3. RECOMMANDATIONS.....	8
4. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	8
5. BIBLIOGRAPHIE.....	29

1. CONTEXTE ET OBJECTIFS

Les programmes de surveillance des masses d'eau, notamment dans le cadre de la Directive Cadre Européenne sur l'Eau, sont gérés principalement par les Agences de l'Eau (AE) en Métropole et par les Offices de l'Eau (OE) dans les Départements et Régions d'Outre-Mer (DROM). Ces programmes de surveillance nécessitent l'acquisition de nombreuses données d'analyse de micropolluants dans les différentes masses d'eau. Les analyses sont la plupart du temps réalisées par des laboratoires prestataires opérant dans le cadre de marchés publics lancés par les AE et OE.

Pour les substances mentionnées dans les arrêtés nationaux dits arrêtés « surveillance », les laboratoires doivent être des laboratoires agréés par le ministère en charge de l'environnement (MEDDE). L'agrément est délivré par couple paramètre-matrice à partir de critères dont les deux principaux sont l'accréditation du laboratoire pour le paramètre et le respect de limites de quantification analytiques (LQ).

L'avis agrément [1] mentionne les limites de quantification à respecter pour les substances de l'arrêté surveillance 2015 [2]. Ces limites de quantification ont été prescrites par le MEDDE, après approbation par l'ONEMA de recommandations AQUAREF [3].

Par ailleurs, les AE et OE introduisent dans leurs programmes de surveillance des substances d'intérêt local et déjà surveillées ou bien des substances d'intérêt national pour lesquelles il semble intéressant d'initier une surveillance pour acquérir de l'information. Pour ces substances, il n'existe pas de propositions nationales harmonisées en termes de performances minimales à atteindre, notamment en termes de limites de quantification.

Dans le cadre de son programme de travail 2015, AQUAREF a ainsi proposé, en parallèle de l'action menée sur les substances de l'agrément [3], de travailler sur une liste de substances d'intérêt surveillées par les AE/OE mais ne faisant pas partie de l'avis agrément 2015 [1]. Pour ces substances, l'objectif du travail est de proposer des performances nationales harmonisées (LQ) permettant une exploitation correcte des données par rapport à des objectifs environnementaux ou réglementaires (acquisition de connaissance, gestion, ...) et compatibles avec une mise en œuvre par des laboratoires prestataires. Ces propositions pourront être reprises par les gestionnaires dans le cadre des appels d'offre pour les marchés d'analyse de surveillance.

2. METHODOLOGIE

2.1 LISTE DE SUBSTANCES

Les AE et les OE ont été sollicités pour faire parvenir à AQUAREF des listes de substances surveillées mais ne faisant pas partie des listes de substances réglementaires. Des réponses ont été reçues des agences de l'eau Loire Bretagne (AELB) et Seine Normandie (AESN) ainsi que de l'Office de l'Eau de la Réunion. Compte-tenu du nombre de substances à considérer, il n'était pas possible de traiter l'ensemble durant l'année 2015. Parmi les réponses reçues, les listes de substances des premières réponses reçues qui venaient de l'AELB et de l'OE Réunion ont été prises en compte. Ces listes comprennent certaines substances des listes proposées par l'AESN.

Au total, des LQ sur environ 70 substances sur support eau et environ 100 substances sur support sédiment sont proposées. Ces substances sont essentiellement des micropolluants organiques (principalement des pesticides et métabolites pour les eaux et des substances hydrophobes comme les HAP, PCB, dioxines PBDE et des pesticides chlorés pour les sédiments).

L'action se poursuivra en 2017. Les AE/OE seront de nouveau sollicités afin de recueillir leurs besoins en termes de substances à considérer. Les substances de l'AESN non prises en compte en 2015 seront intégrées au travail.

2.2 DEMARCHE ADOPTEE

La démarche mise en œuvre pour aboutir aux recommandations en termes de LQ s'est appuyée sur celle utilisée dans le cadre du travail sur les LQ de l'avis agrément.

De façon schématique, la démarche a consisté à prendre en compte :

- des valeurs seuils, réglementaires ou non ;
- des données sur les concentrations observées dans les milieux, obtenues principalement via les résultats de campagnes exceptionnelles nationales de recherche de substances émergentes (cf ci-dessous) ;
- de données liées aux performances analytiques accessibles (enquêtes laboratoires, documents normatifs, ...).

Par ailleurs, comme dans l'avis agrément, l'objectif est de n'avoir qu'une LQ pour la matrice eau douce. Si des exigences environnementales ou réglementaires différentes existent pour les eaux de surface continentales et les eaux souterraines, l'exigence la plus stricte a été prise en compte.

La démarche est décrite en détail dans le rapport Aquaref en référence [3]. Ne sont repris ci-dessous que quelques éléments principaux.

Valeurs seuils réglementaires

Pour les eaux de surface continentales, il n'existe a priori pas de valeurs seuils réglementaires (normes de qualité) pour les substances considérées.

Pour les eaux souterraines, les substances à usages pesticides et les métabolites sont citées dans la directive 2006/118/CE [4] et disposent donc d'une norme de qualité (NQ) pour l'évaluation de l'état chimique (NQ=0.1µg/l). Pour ces substances l'objectif réglementaire en termes de LQ doit donc être de 0.03µg/l (NQ/3). Pour d'autres substances la circulaire du 23 octobre 2012 [5] fixe des valeurs seuils (VS). Celles-ci ont été utilisées dans le cadre de ce travail. Pour d'autres substances, il n'existe pas de valeur seuil en eau souterraine. Les objectifs en termes de LQ ont été fixés au niveau du tiers de la valeur seuil NQ ou VS (si disponibles) pour les eaux souterraines compte tenu des obligations de rapportage et de conformité à la Directive Européenne QAQC [6].

Valeurs guides environnementales (non réglementaires)

Pour les eaux de surface continentales, en l'absence de valeur seuil réglementaire (normes de qualité) et afin de fixer des objectifs de LQ en accord avec les objectifs environnementaux, les valeurs guides environnementales (VGE) disponibles ont également été utilisées. Ces données ont été fournies par l'INERIS ([7]). Il s'agit principalement des données suivantes :

- "VGE EAU-DOUCE eau destinée à la production d'eau potable" : Valeur Guide Environnementale applicable dans les eaux de surfaces intérieures destinées à la production d'eau potable.
- "VGE EAU-DOUCE eau non destinée à la production d'eau potable" : Valeur Guide Environnementale applicable dans les eaux de surfaces intérieures visant la protection de l'ensemble des organismes d'eau douce et de la santé humaine.
- "VG ECO EAU-DOUCE" : Valeur Guide Environnementale applicable dans les eaux de surface intérieures visant la protection de l'ensemble des organismes d'eau douce et leurs prédateurs supérieurs.

L'objectif a été de définir une LQ inférieure ou égale à ces valeurs guides (VGE EAU-DOUCE), la valeur guide VG ECO EAU-DOUCE étant prise en référence en dernier ressort (la VG ECO EAU-DOUCE est en général nettement supérieure aux 2 autres valeurs guides) en cas de capacités analytiques insuffisantes au niveau des VGE EAU-DOUCE.

Données des campagnes exceptionnelles

En 2011 et 2012 des campagnes exceptionnelles de recherche de substances émergentes ont été organisées au niveau national [8, 9, 10, 11]. Les limites de quantification appliquées lors de ces campagnes ont également servi de référence pour proposer des LQ dans le cadre de ce travail.

Les analyses des campagnes exceptionnelles ont été réalisées par des laboratoires prestataires en 2011 et par des laboratoires de recherche en 2012. Les limites de quantification des laboratoires de recherche n'ont pas été considérées comme des références « strictes » pour le travail AQUAREF. Si

aucune autre donnée n'était disponible elles ont été prises en compte mais ajustées. Deux éléments explicatifs peuvent être avancés pour justifier ce choix :

- Les laboratoires de recherche mettent en œuvre des méthodes optimisées et peuvent utiliser des règles de détermination des limites de quantification différentes de celles qui sont imposées aux laboratoires agréés et accrédités. Ceci a entraîné des estimations très basses des limites de quantification pour de nombreuses substances de la campagne exceptionnelle de 2012, limites de quantification qui semblent difficiles, voire impossibles à respecter par une majorité de laboratoires prestataires à court terme ou à un coût acceptable.
- Les analyses de la campagne exceptionnelle de 2012 dans les eaux ont été réalisées sur des échantillons filtrés ce qui autorise la mise en œuvre de stratégies analytiques permettant d'abaisser les LQ significativement (exemple : méthode de SPE en ligne, SPME, SBSE, ...). Or, à ce jour, la surveillance (réglementaire) pour les micropolluants organiques dans les eaux doit être conduite sur la fraction « échantillon brut ».

Ces campagnes ont également fourni pour certaines substances des données relatives aux concentrations dans le milieu comme les données appelées MEC 95 ou MEC 50 (c'est-à-dire le 95^{ème} percentile ou la médiane des concentrations maximales observées sur les stations des campagnes exceptionnelles). Lorsque la MEC 50 est disponible, cette valeur a été prise en compte pour déterminer la LQ (sous réserve de capacités analytiques suffisantes des laboratoires à ce niveau).

Autres références utilisées

Dans le cadre de ce travail, les références et informations suivantes ont également été utilisées comme aide à la décision :

- Les LQ de l'avis agrément 2012 ;
- Les LQ déclarées dans la base LABEAU 2010 (intégrant un nombre de substances beaucoup plus important que la base LABEAU actuelle) [12] ;
- Les LQ pratiquées dans des marchés récents des 6 agences de l'eau ;
- Les normes d'analyse ISO, CEN, AFNOR ;
- Les rapports AQUAREF disponibles, dont notamment ceux concernant la définition de limites de quantification sur les sédiments pour les substances de l'état chimique et pour les substances « candidates prioritaires » [13,14] ;
- L'expertise et la pratique des laboratoires AQUAREF, notamment à travers les fiches méthodes disponibles (www.aquaref.fr);
- Les résultats de l'enquête réalisée par AQUAREF en 2014 auprès des laboratoires prestataires sur leurs capacités analytiques pour environ 190 substances nouvelles à surveiller. Les résultats de l'enquête ont fait l'objet d'un rapport AQUAREF disponible sur le site www.aquaref.fr [16].

3. RECOMMANDATIONS

Les tableaux suivants présentent les limites de quantification recommandées par AQUAREF sur la base de la méthode décrite au §2. Le tableau 1 présente les LQ pour la matrice EAU et le tableau 2 pour la matrice SEDIMENT.

4. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce travail permet de fournir de premières recommandations d'AQUAREF pour des limites de quantification pour l'analyse d'une liste de micropolluants surveillés dans les eaux et les sédiments par les AE/OE sur leur bassin mais non intégrés dans les arrêtés nationaux relatifs à la surveillance.

Ces recommandations pourront servir aux AE/OE dans leurs échanges avec les laboratoires prestataires. Elles ont vocation à évoluer en fonction des progrès des techniques d'analyse mais aussi en fonction des éventuelles réévaluations des valeurs seuils environnementales.

Le travail entamé en 2015 se poursuivra en 2017. De nouvelles sollicitations seront faites auprès des AE/OE afin de recenser les substances d'intérêt.

Tableau 1 : synthèse des recommandations AQUAREF en termes de LQ pour la matrice EAU (commentaires et données associées)

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
1094	Lambda-cyhalothrine	Pyréthroïdes	0,00019	0,00019	0,00019	0,01	L'arrêté surveillance 2015 mentionne la matrice sédiment - VG non atteignable analytiquement sur eau - Matrice eau peu pertinente - LQ proposée cependant à 0.01µg/l (au niveau de la médiane des LQ déclarées sur LABEAU 2012)
1128	Captane	Amides (hors acétamides)	9,8			so	Très peu stable - proposition de supprimer des listes de surveillance. Piste alternative: recherche du métabolite THPI (code Sandre 7588 -). LQ proposée en cohérence avec objectif eau souterraine (LQ 0.02 µg/l) pour ce métabolite
1130	Carbofuran	Carbamates et thiocarbamates	0,02	0,02	Données insuffisantes	0,02	LQ proposée au niveau de la VG. Médiane LABEAU 2012 : 0,02 µg/l

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
1143	DDD 24'	Organochlorés	0,012			0,003	LQ proposée au même niveau que pour les composés de la même famille de l'avis agrément
1172	Dicofol	Organochlorés	(NQE : 0.0013µg/l)			so	Surveillance biote dans la directive 2013. Biote : matrice privilégiée. La NQE sur eau (0.0013 µg/l) est très difficilement atteignable. Si besoin LQ à fixer en cohérence avec objectif eau souterraine (LQ 0.02 µg/l)
1192	Folpel	Amides (hors acétamides)				so	Très peu stable - proposition de supprimer des listes de surveillance. Piste alternative : recherche du métabolite Phtalimide (code Sandre 7587). LQ proposée en cohérence avec objectif eau souterraine (LQ 0.02 µg/l) pour ce métabolite
1211	Mancozèbe	Carbamates et thiocarbamates		0,1	0,219	so	Pas de méthode spécifique disponible. Proposition de renvoyer à l'indice dithiocarbamate (2066), indice non spécifique du mancozèbe.

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
1214	Mécoprop	Phénoxyacides	2200	0,1	44	0,02	Proposé à la médiane LABEAU 2010. Compatible avec NQ/3 pour ESO
1218	Méthomyl	Carbamates et thiocarbamates	3,8			0,03	Proposé au niveau de la LQ de l'avis agrément 2012
1244	PCB 138	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)				0,001	Matrice eau non pertinente
1260	Pyrimiphos-éthyl	Organophosphorés				0,03	Proposé au niveau NQ/3 ESO (par identification au méthyl pyrimiphos 1261)
1404	Fluazifop-P-butyl	Divers (autres organiques)	5,3			0,03	Proposé au niveau de NQ/3 ESO .
1473	Chlorothalonil	Divers (autres organiques)	1			0,03	Proposé au niveau de NQ/3 ESO. Médiane LABEAU 2010 : 0,02 µg/l
1522	Paraquat	Divers (autres organiques)				0,1/0,03	Proposé au niveau de la LQ du mépiquat dans l'avis agrément 2015. Cette LQ n'est pas compatible avec l'exigence ESO (0.03 µg/l). Objectif de cibler 0,03 µg/l pour cohérence avec l'exigence ESO.

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
1523	Perméthrine	Organochlorés	0,0023			0,03	Matrice sédiment dans l'arrêté surveillance. VG très difficile à atteindre. LQ proposée au niveau NQ/3 ESO (très supérieur à la VG : 0,002 µg/l)
1526	Glufosinate	Divers (autres organiques)				0,03	Proposé comme AMPA et glyphosate dans avis agrément 2015
1549	Trichlorophénol-2,4,6	Autres phénols	4,1			0,05	Proposé au niveau de la médiane des LQ déclarées par les laboratoires dans LABEAU 2012.
1622	Acénaphthylène	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)				0,01	Cf norme ISO 28540 [15]
1665	Phoxime	Organophosphorés	0,001	0,001	0,001	0,001	Au niveau VG mais très difficile à atteindre. Données de LQ de la base ADES plus proches de 0,01 µg/l
1705	Manèbe	Carbamates et thiocarbamates	2,44			so	Pas de méthode spécifique disponible. Proposition de renvoyer à l'indice dithiocarbamate (2066), paramètre non spécifique du manèbe

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
1712	Propachlore	Acétamides et métabolites	0,005			0,005	Au niveau de la VG. LQ campagne exceptionnelle ESU : 0.001 µg/l
1717	Thiophanate-méthyl	Carbamates et thiocarbamates	10,7			0,03	Proposé au niveau de NQ/3 ESO
1718	Thirame	Carbamates et thiocarbamates	2,4			so	Proposition de renvoyer à l'indice dithiocarbamate (2066), indice non spécifique du thirame
1774	Somme des Trichlorobenzènes	Paramètre calculé	(NQE : 0.4µg/l)			0,15	LQ proposée comme la somme des LQ des composés individuels de l'avis 2015. Proposition de mentionner les substances individuelles plutôt que la somme
1810	Clopyralide	Divers (autres organiques)	1080			0,03	Proposé au niveau de NQ/3 ESO.
1881	Myclobutanil	Triazines et métabolites	2,4			0,03	Proposé sur la base de l'historique des LQ marchés AE et au niveau NQ/3 ESO
1966	Dithianon	Divers (autres organiques)	1,3			0,05/0.03	Proposé sur la base de l'historique des LQ marchés AE. Cibler 0,03 µg/l à terme pour atteindre NQE/3 ESO

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
2022	Fludioxonil	Divers (autres organiques)	0,5	0,5	Données insuffisantes	0,03	LQ proposée au niveau de l'avis agrément 2012.
2074	Benoxacor	Divers (autres organiques)	0,63			0,03	Proposé sur la base de l'historique des LQ marchés AE et au niveau NQ/3 ESO
2542	Monobutylétain cation	Organométalliques	50,5			0,02	Matrice sédiment dans l'arrêté surveillance. Pour l'eau LQ proposée au niveau de la LQ Eau Résiduaire. LQ très inférieure à la VG
2547	Fluroxypyr-meptyl	Divers (autres organiques)	0,3	Non calculée	Données insuffisantes	0,02	Matrice sédiment dans l'arrêté surveillance. LQ fixée au niveau de la médiane des résultats de l'enquête 2014 [16]
2565	Flupyr-sulfuron méthyl sodium	Urées Sulfonylurées et métabolites	0,25			0,03	LQ proposée au niveau de la NQ/3 ESO. LQ très inférieure à la VG. Médiane enquête 2014 : 0,005 µg/l.
2664	Spiroxamine	Divers (autres organiques)	0,7			0,02	LQ proposée au-dessus de la médiane enquête 2014. Largement en dessous de valeurs VG Eau.

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
2731	Glufosinate-ammonium	Divers (autres organiques)				so	Remplacer par code 1526 : glufosinate
2742	Fénazaquin	Divers (autres organiques)	0,047			0,03	Proposé sur la base de LQ données AE et au niveau NQ/3 ESO
2743	Fenhexamid	Divers (autres organiques)	10,1			0,05	Proposé au niveau de LQ marchés AE
2835	Teneur en matière minérale	Autres éléments minéraux				so	Paramètre insuffisamment défini
5345	p-Nonylphénol monoéthoxylate	Alkylphénols, nonylphénols et bisphénols A	0,33			0,1	Surveiller de préférence 6366 qui est dans l'arrêté surveillance DOM (6366 inclut le code 5345)
5346	p-Nonylphénol diéthoxylate	Alkylphénols, nonylphénols et bisphénols A	0,42			0,1	Surveiller de préférence 6369 (6369 inclut le code 5346)
5397	17 beta-Estradiol	Stéroles et stéroïdes (oestrogènes, progestogènes)	0,00002			0,0004	Substance de la liste de vigilance [17]. LQ ciblée pour la liste de vigilance : 0,4 ng/l (LD : 0,2 ng/l). Très difficile à atteindre en routine.

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
5416	Pymétrozine	Divers (autres organiques)	2,5			0,03	Proposé sur la base de l'historique des LQ marchés AE et au niveau NQ/3 ESO
5474	4-n-nonylphénol	Alkylphénols, nonylphénols et bisphénols A				so	Non pertinent. 1958 et 6598 pour les nonylphénols dans l'arrêté surveillance
5537	Somme des Hexachlorocyclohexanes	Paramètre calculé	(NQE : 0.02µg/l)			0,008	LQ proposée comme la somme des LQ des composés individuels de l'avis 2015. Proposition de mentionner les substances individuelles plutôt que la somme
5579	Acétamipride	Divers (autres organiques)	0,5			0,03	Proposé sur la base de l'historique des LQ marchés AE et au niveau NQ/3 ESO
5610	Spinosad	Divers (autres organiques)	0,12			0,05	Proposé sur la base de l'historique des LQ marchés AE et au niveau NQ/2 ESO
5921	Tétraméthrine	Pyréthriinoïdes	0,016			0,02	Matrice sédiment arrêté surveillance - Matrice eau peu pertinente. LQ proposée à 0,02 très légèrement au dessus de la PNEC (correspond à la médiane LQ enquête 2014 [16])

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
6369	4-nonylphénol diéthoxylate (mélange d'isomères)	Alkylphénols, nonylphénols et bisphénols A				0,1	Matrice sédiment dans l'arrêté surveillance. LQ mise en accord avec autres NPOE ou NP
6370	4-(1,1,3,3-tétraméthylbutyl)phénol monoéthoxylate	Alkylphénols, nonylphénols et bisphénols A				0,1	Cité dans l'avis agrément 2015 ER. LQ mise en conformité avec LQ ER
6371	4-(1,1,3,3-tétraméthylbutyl)phénol diéthoxylate	Alkylphénols, nonylphénols et bisphénols A				0,1	Présent dans agrément ER. LQ mise en conformité avec LQ ER
6393	Flonicamid	Amides (hors acétamides)				0,03	Liste B avis agrément 2015
6398	Propamocarb	Carbamates et thiocarbamates				0,03	Proposé au niveau de NQ/3 ESO
6560	Acide sulfonique de perfluorooctane	PFC (PFOA, PFOS)	0,00065			so	cf avis agrément : code 6561 : perfluorooctanesulfonate (LQ=0,01 µg/l puis 0,002 µg/l au 31/12/2018)
6870	2-(3-trifluorométhylphenoxy) nicotinamide	Amides (hors acétamides)	0,558			0,01	Autre nom : niflumic acid. Arrêté agrément en liste B à 0,01 µg/l.

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille SANDRE	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VGE EAU-DOUCE (µg/L) eau non destinée à la production d'eau potable équivalente à AA EQS EAU DOUCE (µg/l)	VG ECO EAU-DOUCE (µg/l)	Proposition LQ AQUAREF (µg/l)	Commentaire
6894	Métazachlore OXA	Acétamides et métabolites				0,02	Comme métolachlore OXA, ESA dans l'avis agrément 2015
6895	Métazachlore ESA	Acétamides et métabolites				0,02	Comme métolachlore OXA, ESA dans l'avis agrément 2015
7074	Dibutylétain cation	Organométalliques	0,00004			0,0002	Matrice sédiment dans l'arrêté surveillance. PNEC non accessible dans l'eau. LQ proposée au niveau de la LQ TBT de l'avis agrément 2015
7146	Somme du DDDpp', DDEpp', DDTop', DDTpp'	Organochlorés	(NQE : 0.025 µg/l)			0,012	Cf. somme des individuels de l'avis agrément 2015. Proposition de mentionner les substances individuelles plutôt que la somme
7437	BDE 77	PBDE et PBB				0,001	cf LQ des PBDE dans l'avis agrément 2015
7718	Acétochlor SAA (ou t-sulfinylacetic acid)	Acétamides et métabolites				0,02	Comme métolachlore OXA, ESA dans l'avis agrément 2015
-	Ester de polyethylene glycol d'alkylphenol	-				so	Substance insuffisamment définie.
6856	Acétochlor ESA	Acétamides et métabolites				0,02	Comme métolachlore OXA, ESA dans l'avis agrément 2015

*Tableau 2 : synthèse des recommandations AQUAREF en termes de LQ pour la matrice SEDIMENT
(commentaires et données associées)*

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC (µg/kg)	LQ proposée par AQUAREF (µg/kg MS)	Commentaire
1089	PCB 126	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
1090	PCB 169	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
1091	PCB 77	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
1115	Benzo(a)pyrène	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)		10	cf [14]
1116	Benzo(b)fluoranthène	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)		10	cf [14]
1117	Benzo(k)fluoranthène	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)		10	cf [14]

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC (µg/kg)	LQ proposée par AQUAREF (µg/kg MS)	Commentaire
1143	DDD 24'	Organochlorés	71,9	1	Cf autres DDE, DDD. LQ supérieure à MEC 50 mais inférieure à la MEC 95 de la campagne exceptionnelle (5µg/kg)
1145	DDE 24'	Organochlorés	191,8	1	Cf autres DDE, DDD. LQ supérieure à MEC 50 mais inférieure à la MEC 95 de la campagne exceptionnelle (5µg/kg)
1172	Dicofol	Organochlorés	0,0087	50	LQ relevée par rapport à la référence [13]. LQ campagne exceptionnelle : 15 µg/kg. Jamais quantifié. Matrice biote dans l'arrêté surveillance.
1191	Fluoranthène	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)		10	cf [13]
1197	Heptachlore	Organochlorés		10	Cf [14] (LQ relevée cependant pour tenir compte des capacités analytiques des laboratoires)
1199	Hexachlorobenzène	Organochlorés		5	cf [14]
1200	Hexachlorocyclohexane alpha	Organochlorés		2	cf [14]
1201	Hexachlorocyclohexane bêta	Organochlorés		2	cf [14]

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC (µg/kg)	LQ proposée par AQUAREF (µg/kg MS)	Commentaire
1202	Hexachlorocyclohexane delta	Organochlorés		2	cf [14]
1203	Hexachlorocyclohexane gamma	Organochlorés		2	cf [14]
1204	Indéno(1,2,3-cd)pyrène	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)		10	cf [14]
1239	PCB 28	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13]
1240	PCB 35	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13]
1241	PCB 52	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13]
1242	PCB 101	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
1243	PCB 118	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
1244	PCB 138	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13]
1245	PCB 153	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13]

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC (µg/kg)	LQ proposée par AQUAREF (µg/kg MS)	Commentaire
1246	PCB 180	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13]
1253	Prochloraz	Divers (autres organiques)	14,63	10/5	Cohérent avec VG et MEC95 de la campagne exceptionnelle. Viser 5 µg/kg à moyen terme
1254	Prométryne	Triazines et métabolites	0,043	5	Proposé en cohérence avec l'enquête labo 2014 [16]. Mais supérieure à VG et MEC95 de la campagne exceptionnelle. Utilité de surveillance à ce niveau ?
1458	Anthracène	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)		10	cf [14].
1627	PCB 105	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
1652	Hexachlorobutadiène	COHV, solvants chlorés, fréons		10	cf [14]
1748	Heptachlore époxyde exo cis	Organochlorés		10	cf [14] (LQ relevée cependant pour tenir compte des capacités analytiques des laboratoires)
1749	Heptachlore époxyde endo trans	Organochlorés		10	cf [14] (LQ relevée cependant pour tenir compte des capacités analytiques des laboratoires)
1888	Pentachlorobenzène	Chlorobenzène et mono-aromatiques halogénés		10	cf [14]

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC (µg/kg)	LQ proposée par AQUAREF (µg/kg MS)	Commentaire
1955	C10-C13- CHLOROALCANES	Chloroalcanes SCCP		100	cf Norme ISO 18635 en préparation (LQ de la norme : 30 µg/kg. LQ proposée à 100 µg/kg pour tenir compte de la validation NF T90-210)
1958	4-nonylphenols ramifiés	Alkylphénols, nonylphénols et bisphénols A		50/15	Viser 15 µg/kg comme pour les substances de la même famille dans l'avis agrément 2015 (échéance 31/12/2018)
1959	4-tert-Octylphenol	Alkylphénols, nonylphénols et bisphénols A		50/15	Viser 15 µg/kg comme pour les substances de la même famille dans l'avis agrément 2015 (échéance 31/12/2018)
2028	Quinoxyfen	Divers (autres organiques)	114,80	5	LQ de la référence [13] à 1. Mais très peu de capacité des laboratoires.
2032	PCB 156	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
2562	2,3,7,8-Tetrachlorodibenzo-p-Dioxine	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2566	1,2,3,4,6,7,8,9-Octachlorodibenzo-p-dioxine	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2569	1,2,3,7,8-Pentachlorodibenzo-p-dioxine	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC (µg/kg)	LQ proposée par AQUAREF (µg/kg MS)	Commentaire
2571	1,2,3,4,7,8-Hexachlorodibenzo-p-dioxine	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2572	1,2,3,6,7,8-Hexachlorodibenzo-p-dioxine	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2573	1,2,3,7,8,9-Hexachlorodibenzo-p-dioxine	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2575	1,2,3,4,6,7,8-Heptachlorodibenzo-p-dioxine	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2586	2,3,7,8-Tetrachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2588	1,2,3,7,8-Pentachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2589	2,3,4,7,8-Pentachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2591	1,2,3,4,7,8-hexachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2592	1,2,3,6,7,8-Hexachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC (µg/kg)	LQ proposée par AQUAREF (µg/kg MS)	Commentaire
2593	2,3,4,6,7,8-Hexachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2594	1,2,3,7,8,9-Hexachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2596	1,2,3,4,6,7,8-Heptachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2597	1,2,3,4,7,8,9-Heptachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [13]
2628	Diethylstilbestrol	Stéroles et stéroïdes (oestrogènes, progestogènes)	575,6	10	Jamais quantifié dans la campagne exceptionnelle 2012 (LQ à 1µg/kg). Pas pertinent à rechercher dans les sédiments ?
2879	Tributyletain cation	Organométalliques		10	cf fiche méthode AQUAREF MA39
2911	Hexabromodiphényl éther (congénère 154)	PBDE et PBB	6,56	5	cf [14]
2912	Hexabromodiphényl éther (congénère 153)	PBDE et PBB	5,66	5	cf [14]
2915	Pentabromodiphényl éther (congénère 100)	PBDE et PBB		5	cf [14]
2916	Pentabromodiphényl éther (congénère 99)	PBDE et PBB	16,26	5	cf [14]
2919	Tétrabromodiphényl éther (congénère 47)	PBDE et PBB	13,26	5	cf [14]

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC (µg/kg)	LQ proposée par AQUAREF (µg/kg MS)	Commentaire
2920	Tribromodiphenyl ether (BDE28)	PBDE et PBB		5	cf [14]
5248	Octachlorodibenzofurane	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		0,001	Cf [14]
5346	p-Nonylphénol diéthoxylate	Alkylphénols, nonylphénols et bisphénols A	52,75	50/15	A remplacer par le code 6369. Viser 15 µg/kg comme pour les substances de la même famille dans l'avis agrément 2015 (échéance 31/12/2018)
5347	Acide perfluoro-octanoïque	PFC (PFOA, PFOS)	131,1	5	LQ PFDA campagne exceptionnelle : 0,5 µg/kg
5432	PCB 81	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
5433	PCB 114	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
5434	PCB 123	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
5435	PCB 157	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
5436	PCB 167	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC (µg/kg)	LQ proposée par AQUAREF (µg/kg MS)	Commentaire
5437	PCB 189	PCB (arochlors), PCT, Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)		1	Cf [13] et fiche AQUAREF MA49
5537	Somme des Hexachlorocyclohexanes	Paramètre calculé		10	Cf [14].
5776	Hexachlorophène	Chlorobenzène et mono-aromatiques halogénés	267,45	5	LQ campagne exceptionnelle : 1 µg/kg. Proposé à 5 µg/kg pour tenir compte validation NF T90-210. Très inférieur à la PNEC. Au niveau de la MEC 50 de la campagne exceptionnelle (3 µg/kg)
5978	Acide perfluoro-n-hexanoïque	PFC (PFOA, PFOS)	9,23	5	LQ PFDA campagne exceptionnelle : 0,5 µg/kg
6509	Acide perfluoro-decanoïque	PFC (PFOA, PFOS)	1,46	2	LQ PFDA campagne exceptionnelle : 0,5 µg/kg
6561	Sulfonate de perfluorooctane	PFC (PFOA, PFOS)		10	Fiche MA28 AQUAREF
6616	Di(2-ethylhexyl)phtalate	Phtalates	24395,94	100	Cf [14]
6651	alpha-Hexabromocyclododecane	PBDE et PBB	12,10	3	cf [13] - 10 µg/kg pour la somme
6652	beta-Hexabromocyclododecane	PBDE et PBB	12,10	3	cf [13] - 10 µg/kg pour la somme
6653	gamma-Hexabromocyclododecane	PBDE et PBB	12,10	3	cf [13] - 10 µg/kg pour la somme

Code SANDRE	Nom SANDRE	Famille chimique SANDRE	PNEC ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	LQ proposée par AQUAREF ($\mu\text{g}/\text{kg MS}$)	Commentaire
6830	Perfluorohexanesulfonic acid	PFC (PFOA, PFOS)		5	LQ PFDA campagne exceptionnelle : 0,5 $\mu\text{g}/\text{kg}$
7022	Plomb triéthyl	Organométalliques	0,68	0,5	LQ campagne exceptionnelle : 0,25 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Très peu/pas de capacité analytique à ces niveaux. Disponibilité d'étalons pas assurée
7095	Coronène	HAP (Hydrocarbures, aromatiques, polycyclique, pyrolytique et dérivés)	298,1	30	LQ campagne exceptionnelle 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$
7117	Décahydronaphtalène	Hydrocarbures et indices liés	5,04	5	Proposé au niveau de la PNEC (très supérieur à la MEC 50 données campagne exceptionnelle)
7128	Somme de 3 Hexabromocyclododécanes (HBCDDs)	PBDE et PBB	708,9	10	Cf [13]. LQ campagne exceptionnelle : 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Compatible avec la MEC 50

5. BIBLIOGRAPHIE

[1] 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 - 8/11/2015

[2] Arrêté du 7 août 2015 modifiant l'arrêté du 25 janvier 2010 établissant le programme de surveillance de l'état des eaux en application de l'article R. 212-22 du code de l'environnement

[3] JP Ghestem, L Amalric, A Togola, S.Lardy Fontan, G Labarraque, F. Lestremau, MP Strub, E. Lionard, M Coquery (2015) Recommandations pour la révision de l'avis relatif aux limites de quantification des couples « Paramètres-matrice » de l'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques - Rapport AQUAREF- 78 p

[4] DIRECTIVE 2006/118/CE du parlement européen et du conseil du 12 décembre 2006 sur la protection des eaux souterraines contre la pollution et la détérioration

[5] Circulaire du 23 octobre 2012 relative à l'application de l'arrêté du 17 décembre 2008 établissant les critères d'évaluation et les modalités de détermination de l'état des eaux souterraines et des tendances significatives et durables de dégradation de l'état chimique des eaux souterraines

[6] 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

[7] INERIS - Portail substances - <http://www.ineris.fr/substances/fr/page/9>

[8] Abarnou A., Bocquené G., Maryline Champin, Gaétane Durand, Jean-Louis Gonzalez, Morgan Le Moigne, Jean-Claude Masson, Pierre Priou, Céline Tixier (2014). Etude sur les contaminants émergents dans les eaux françaises Rapport de l'étude prospective sur les contaminants émergents dans les eaux littorales de la métropole et des DOM, 56 p.

[9] Botta F. et Valeria Dulio (2014). Résultats de l'étude prospective 2012 sur les contaminants émergents dans les eaux de surface continentales de la métropole et des DOM. Rapport Final, DRC-13-136939-12927A, 139 pp.

[10] Lopez B., Laurent A., Ghestem J.P. et al. (2013). Recherche de contaminants organiques dans les eaux souterraines des DOM - Synthèse des travaux 2012-2013. BRGM/RP-62810-FR. 125p, 67 illustrations, 8 annexes

[11] Lopez B. et A. Laurent (2013). Campagne exceptionnelle d'analyse des substances présentes dans les eaux souterraines de métropole. Rapport final. BRGM/RP-61853-FR

[12] LABEAU : gestion des agréments laboratoire <http://www.labeau.ecologie.gouv.fr/index.php> (extraits 2010 et 2012 de la base).

[13] Lionard E., Coquery M. (2014). Recommandations de performances à exiger pour la surveillance de substances prioritaires hydrophobes dans les sédiments continentaux - Substances de l'état écologique et candidates de l'état chimique (2012). Rapport final. Irstea-Aquaref, 27p.

[14] Lionard E., Coquery M. (2012). Recommandations de performances à exiger pour la surveillance de substances prioritaires hydrophobes dans les sédiments continentaux. Rapport final. Irstea-Aquaref, 16p.

[15] ISO 28540:2011 Qualité de l'eau -- Détermination de 16 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans l'eau -- Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse (CG-SM):

[16] JP Ghestem et C Féray, Révision des listes de substances pertinentes à surveiller : Enquête sur les capacités analytiques des laboratoires - Rapport AQUAREF 2014 - 32 p. (www.aquaref.fr).

[17] DÉCISION D'EXÉCUTION (UE) 2015/495 DE LA COMMISSION du 20 mars 2015 établissant une liste de vigilance relative aux substances soumises à surveillance à l'échelle de l'Union dans le domaine de la politique de l'eau en vertu de la directive 2008/105/CE du Parlement européen et du Conseil