

PROGRAMME 
SCIENTIFIQUE et TECHNIQUE 
2022-2023 

Avec le soutien de



**MINISTÈRE
DE LA TRANSITION
ÉCOLOGIQUE**

*Liberté
Égalité
Fraternité*



Référence du document : 22-0003A

Préambule

La surveillance des milieux aquatiques est l'un des piliers de la politique de l'eau, renforcé par la directive cadre européenne sur l'eau (DCE) du 23 octobre 2000, sur lequel reposent l'évaluation de l'état des eaux et le suivi de son évolution, ainsi que la définition des objectifs à atteindre et les moyens de gestion à mettre en œuvre pour atteindre ces objectifs.

Pour assurer la fiabilité des données de surveillance, Aquaref, laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques, a été créé en 2007. Les 5 partenaires fondateurs (BRGM, Ifremer, Ineris, Inrae, LNE) se sont vus confier 3 missions :

- élaborer des règles relatives aux processus de prélèvement, de mesure, 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.

En outre, l'arrêté du 19/10/2018 approuvant le Schéma National des Données sur l'Eau (SNDE) confie à l'AFB la coordination technique du système d'information sur l'eau, les milieux aquatiques et les services publics d'eau et d'assainissement (SIE) et attribue à Aquaref le rôle d'accompagner la prescription de méthodologies communes en matière de mesures, de prélèvements et d'analyses, dans le cadre de la production de données SIE, **en mettant son expertise collective à la disposition des acteurs de la surveillance de l'eau et des milieux aquatiques**

Après avoir reçu le soutien financier de la DEB puis de l'Onema de 2007 à 2018 pour la mise en œuvre de la plus grande part de leurs missions techniques, les membres d'Aquaref sont aujourd'hui engagés dans un partenariat scientifique et technique avec l'OFB pour la période 2022-2023. Le programme de travail présenté ici a été élaboré dans ce cadre.

Depuis 2013, Aquaref a structuré son programme scientifique et technique autour de plusieurs thèmes dans les domaines de la chimie et de l'hydrobiologie articulés autour des 2 enjeux suivants : « améliorer la qualité des données » et « anticiper la surveillance future ».

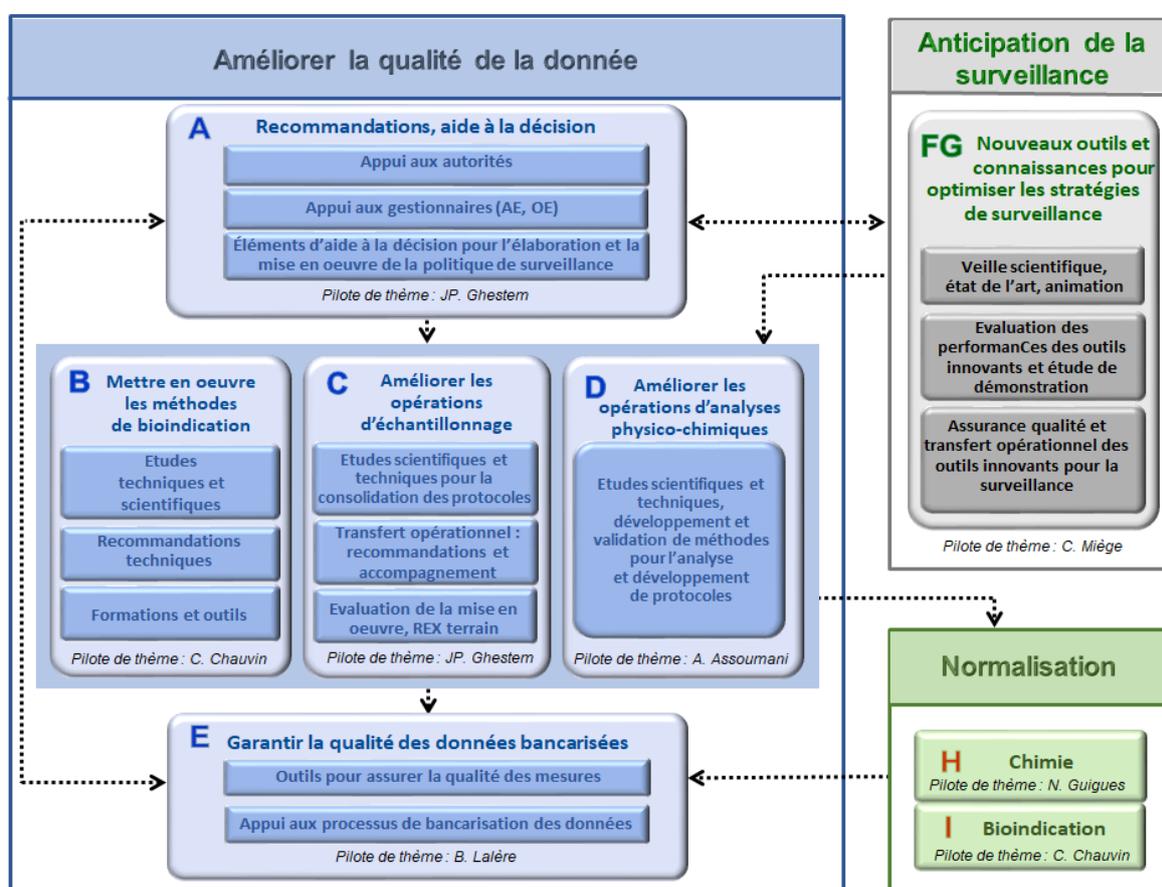
Déclinaison et articulation des thèmes du programme Aquaref

Améliorer la qualité de la donnée	
Thème A <i>« Recommandations, aide à la décision »</i>	<p>Fournir un appui technique aux donneurs d'ordres et gestionnaires (Ministère de l'environnement, OFB, Agences et Offices de l'Eau, DREAL, DEAL) dans leurs politiques de surveillance des milieux aquatiques</p> <p>Apporter une expertise technique au niveau européen en appui au ministère de l'environnement</p>
Thème B <i>« Mettre en œuvre les méthodes de bioindication dans la surveillance et l'évaluation »</i>	<p>Encadrer la mise en œuvre des protocoles d'acquisition de données hydrobiologiques et des méthodes d'évaluation</p> <p>Définir la notion et les sources d'incertitudes en mesure hydrobiologique</p> <p>Acquérir les données nécessaires à la quantification et à l'impact des incertitudes dans la chaîne d'évaluation</p>
Thème C <i>« Améliorer les opérations d'échantillonnage »</i>	<p>Améliorer la connaissance de l'influence de l'échantillonnage sur la qualité des données de surveillance des milieux aquatiques</p> <p>Définir des recommandations techniques pour la surveillance</p> <p>Contribuer à l'amélioration et à l'harmonisation des pratiques d'échantillonnage et de mesures sur site</p> <p>Évaluer les pratiques des opérateurs pour adapter nos recommandations</p>
Thème D <i>« Améliorer les opérations d'analyses physico-chimiques »</i>	<p>Développer et valider des méthodes analytiques dont les performances sont compatibles avec les niveaux requis pour la surveillance réglementaire, à des coûts acceptables.</p> <p>Transférer ces méthodes</p> <p>Définir des recommandations techniques pour la surveillance</p> <p>Évaluer les pratiques des laboratoires</p>
Thème E <i>« Garantir la qualité des données bancarisées »</i>	<p>Fournir des outils aux opérateurs analytiques pour leur permettre d'assurer la traçabilité métrologique et documentaire des mesures en vue d'améliorer la qualité des données de surveillance :</p> <ul style="list-style-type: none"> - outils pour assurer la qualité des mesures - appui aux processus de bancarisation des données

Anticiper la surveillance future	
Thème FG <i>« Nouveaux outils et connaissances pour optimiser les stratégies de surveillance »</i>	<p>Réaliser une veille sur les outils innovants pour la surveillance</p> <p>Évaluer la faisabilité et les performances des dispositifs de mesure consacrés à l'amélioration des connaissances sur les substances émergentes</p> <p>Développer et harmoniser des outils innovants d'échantillonnage, d'analyse ou de caractérisation des effets, pour l'identification et la quantification des substances chimiques dans les milieux aquatiques</p>

Normalisation

<p>Thème H « Normalisation – chimie »</p>	<p>Proposer aux pouvoirs publics des éléments de stratégie de normalisation nationale pour répondre aux enjeux DCE</p> <p>Analyser les enjeux européens et internationaux en termes de développement de méthodes officielles d'analyses physico-chimiques</p>
<p>Thème I « Normalisation – bioindication »</p>	<p>Piloter l'élaboration des documents normatifs nationaux encadrant les mesures hydrobiologiques</p> <p>Disposer à moyen terme de l'ensemble des documents méthodologiques de référence nécessaires à la surveillance DCE</p>



SOMMAIRE

Thème A – Recommandations, aide à la décision.....	7
Thème B – Mettre en œuvre les méthodes de bioindication dans la surveillance et l'évaluation.....	15
Thème C – Améliorer les opérations d'échantillonnage et de mesures in situ	25
Thème D – Améliorer les opérations d'analyses physico-chimiques	37
Thème E – Garantir la qualité des données bancarisées	49
Thème FG – Nouveaux outils et connaissances pour optimiser les stratégies de surveillance	61
Thème H – Normalisation - Chimie	81
Thème I – Normalisation – Méthodes hydrobiologiques.....	89

THÈME A

Recommandations, aide à la décision

AQUAREF – Thème A – Recommandations, aide à la décision

Projet n°	AQUAREF – Thème A
Contexte du projet	Cette action permanente vise à fournir aux donneurs d'ordre des éléments techniques opérationnels leur permettant de mettre en œuvre les opérations de surveillance des masses d'eau de façon fiable. Elle vise également à proposer des recommandations sur l'interprétation des données en lien avec les problématiques d'échantillonnage et d'analyse.
Objectifs du projet	Fournir un appui technique aux donneurs d'ordre publics et aux gestionnaires dans le contexte de la surveillance des milieux aquatiques et dans le champ de compétence d'Aquaref (qualité de donnée).
Résumé du projet	<p>Le thème se compose de la coordination et de quatre ensembles d'actions :</p> <p>A0 - Pilotage du thème (BRGM)</p> <ul style="list-style-type: none">• Programmation, suivi, valorisation des actions du thème <p>A1 - Appui aux autorités</p> <ul style="list-style-type: none">• A1a: Appui technique pour l'élaboration et l'application des textes réglementaires et appuis divers (BRGM, LNE, INRAE, INERIS)• A1b : Appui technique pour la gestion du dispositif agrément (BRGM, LNE, INERIS, INRAE)• A1c : Appui à la mise en œuvre de la surveillance chimique : coordination des différentes actions et acteurs Aquaref concernant l'échantillonnage intégratif passif (BRGM, INERIS, INRAE, LNE).• A1d : Participation aux groupes de travail et de pilotage de la DCE<ul style="list-style-type: none">○ volet substances chimiques (BRGM, INERIS, LNE, INRAE)○ volet bioindication (INRAE) <p>A2 - Appui aux gestionnaires (AE, OE)</p> <ul style="list-style-type: none">• A2a : Appui aux gestionnaires : OFB, AE, OE, DEAL, DREAL : réunions et appuis techniques (BRGM, INERIS, INRAE, LNE) <p>A3 - Eléments d'aide à la décision pour l'élaboration et la mise en œuvre de la politique de surveillance</p> <ul style="list-style-type: none">• A3a : Synthèse note de positions ou mémo techniques sur des questions récurrentes relatives aux problématiques analytiques et échantillonnage (BRGM)• A3b : Favoriser des synergies entre laboratoires de référence dans les domaines de l'environnement et de la santé (BRGM, LNE, INERIS, INRAE)• A3c : Note annuelle concernant la surveillance de produits phytosanitaires récemment homologués (BRGM, INRAE)

Acteurs	Responsable Aquaref	BRGM : J-P. Ghestem (pilote de thème)
		Ifremer : A. Grouhel
		INERIS : A. Assoumani,
		INRAE : M. Coquery
	Autres correspondants Aquaref	LNE : S. Lardy-Fontan
		BRGM: L. Amalric, A. Togola, P. Moreau, N. Baran
		Ifremer : R. Buchet
		INERIS: B. Lepot
		INRAE : C Miège, C Margoum, C. Chauvin, C. Laplace-Treyture
	LNE : B. Lalère, N. Guigues	
	Responsable OFB	N. Gaury
Autres correspondants OFB	N. Hette-Tronquart, P-F. Staub, O. Perceval	
Autres correspondants	MTES : M. Franz	

Projets liés	L'ensemble des activités du programme Aquaref (autres thèmes) permet de consolider l'expertise transverse mise à disposition dans le cadre du thème A.		
Date de rédaction de la fiche	Novembre 2021	Version	V1

Programme détaillé du projet

1. Cadrage

Périmètre et finalité du projet

A0 – Pilotage du thème

L'action consiste en l'animation de la programmation, du suivi des actions du thème A. Maintien de la cohérence des actions du thème et des appuis aux donneurs d'ordre.

A1 – Appui aux autorités

A1a : Appui technique pour l'élaboration et l'application des textes réglementaires et appuis divers (BRGM, LNE, INERIS, INRAE)

Cette action vise à apporter un appui technique à la Direction de l'Eau et de la Biodiversité du MTES pour la préparation des textes réglementaires et faciliter leur application, et d'autres appuis divers sur la surveillance (hors arrêté agrément - cf A1b) des textes. En 2022 il est à prévoir les échanges et préparation sur la révision de l'arrêté évaluation, les besoins également le cas échéant sur l'application de l'arrêté surveillance, paru en 2021. Des appuis ponctuels pourront également être apportés sur la liste de vigilance européenne et sur les discussions au niveau européen (révision directive, listes de substances prioritaires, ...).

A1b : Appui technique pour la gestion du dispositif agrément des laboratoires (BRGM, LNE, INERIS, INRAE)

Aquaref apporte un soutien continu au MTES et à l'OFB sur les questions techniques relatives au dispositif d'agrément des laboratoires¹. En plus de l'appui régulier sur le dispositif, les actions suivantes seront plus particulièrement abordées :

- Révision de l'avis LQ : proposition de LQ pour les substances prioritaires à suivre dans les sédiments, pour les nouvelles substances de l'arrêté surveillance, réexamen des LQ liste A pour les substances prioritaires sur eau, réévaluation des LQ biote notamment gammames, proposition de LQ pour les substances à suivre dans la prochaine campagne RSDE STEU. Cette action devra intégrer une étape de consultation des laboratoires.
- Appui pour la mise à jour de LABEAU

L'intérêt de traiter les sujets suivants pourra être discuté avec l'OFB, dans la limite des moyens disponibles au sein des 6 partenaires :

- Organisation d'une réunion annuelle avec les acteurs agrément (cette dernière action sera également l'occasion d'animer les échanges avec les organisateurs de comparaison interlaboratoires)
- Réflexion sur la notion de "Levée de doute" via l'agrément (cf action avec l'office de l'eau Réunion en thème E)
- Sous couvert de l'OFB, organisation d'une réunion avec le COFRAC pour étudier les perspectives d'agrément sur les méthodes suivantes : échantillonneurs passifs, bioessais, ...)

¹ Arrêté du 27 octobre 2011 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement

A1c : Appui à la mise en œuvre de la surveillance chimique : coordination des différentes actions et acteurs Aquaref concernant l'échantillonnage intégratif passif (BRGM, INERIS, INRAE, LNE)

Cette action correspond à la coordination des actions d'appui spécifique sur l'échantillonnage passif intégratif. Une action de coordination sur le biote existait auparavant. Compte tenu des avancées sur la surveillance biote, il est proposé de mettre l'accent pour cette nouvelle convention sur un appui spécifique au démarrage de surveillance des substances chimiques à l'aide des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP).

Suite aux campagnes de démonstration du RSP sur les EIP, l'arrêté surveillance qui doit être publié fin 2021 devrait ouvrir la possibilité d'une surveillance réglementaire avec ces outils. Aquaref a publié des guides, fiches méthodes, rapports divers pour le transfert de ces outils. Il semble nécessaire de prévoir une coordination spécifique de l'appui technique pour garantir une mise en application fiable de ces nouveaux outils et un suivi le cas échéant.

A1d : Participation aux groupes de travail et de pilotage de la DCE

Volet substances chimiques (BRGM, LNE, INERIS, INRAE)

Cette action a pour objectif l'apport de l'expertise Aquaref et le recueil des besoins au sein des GT nationaux : GT substances, GT eaux souterraines, GT eaux littorales, GT biote. Dans le cadre de cette action, seule la participation des établissements au titre d'AQUAREF est prise en compte.

Volet bioindication (INRAE)

La mise en œuvre des méthodes de surveillance et d'évaluation requiert des échanges continus entre décideurs, gestionnaires et scientifiques. Il s'agit en effet d'implémenter dans les politiques et les programmes de surveillance des protocoles issus d'une démarche scientifique, en respectant leurs principes tout en les intégrant dans les politiques nationales et de bassins. La participation active d'Aquaref hydrobiologie dans les groupes nationaux de travail et de pilotage de la DCE - Etat Ecologique (GT DCE-ESC, GT Plans d'eau et GTs ad hoc affiliés) et l'appui en direct aux questions d'actualité sur ces thèmes assure une vision transversale intégrant les actions des autres thèmes (normalisation, développement de méthodes, etc.).

Pour l'hydrobiologie, cette sous-action comprend également la participation à la révision des textes réglementaires dont les principales discussions sont organisées dans le cadre des GT nationaux.

A2 – Appui aux gestionnaires

A2a : Appui aux gestionnaires : OFB, AE, OE, DEAL, DREAL : réunions et appuis techniques (BRGM, INERIS, INRAE, LNE)

Aquaref organise annuellement une rencontre avec les gestionnaires pour présenter les principales actions récentes de son programme, discuter de leurs difficultés et recueillir les besoins.

Cette action inclut également les travaux liés aux demandes d'appuis ponctuels de la part des gestionnaires. Dans ce cadre, Aquaref a mis en place des réunions internes régulières permettant de discuter les réponses à ces demandes et d'arriver à une position commune.

En 2022-2023, un accent particulier sera mis pour organiser des réunions avec les OE, soit en bilatéral soit par région (GUY/MAR/GUA et REU/MAY).

A3 - Eléments d'aide à la décision pour l'élaboration et la mise en œuvre de la politique de surveillance

A3a : Notes de positions ou mémo techniques sur des questions récurrentes relatives aux problématiques analytiques et échantillonnage (BRGM)

- Rédaction d'une note d'information publique à destination des gestionnaires, des laboratoires et autres acteurs de la surveillance, concernant le paramètre Total PFAS, nouveau paramètre de la directive Eau Potable et qui pourrait devenir un paramètre à surveiller dans les eaux souterraines. Il s'agira de faire une synthèse des informations disponibles en 2023 concernant les pistes analytiques pour ce paramètre, les enjeux, les interprétations entre le paramètre somme PFAS et le paramètre total PFAS.

A3b : Favoriser des synergies entre laboratoires de référence dans les domaines de l'environnement et de la santé (BRGM, LNE, INERIS, INRAE)

Compte tenu des nombreux sujets de convergence, il est proposé d'organiser une réunion annuelle avec le Laboratoire d'hydrologie de Nancy (Laboratoire National de Référence sur les eaux de consommation) afin d'harmoniser quand cela est possible les recommandations nationales concernant la surveillance des eaux (agrément, stabilité, validation de méthodes, référence aux normes dans la réglementation, journées techniques, listes de substances pesticides, ...). Une première réunion de ce type a été organisée début 2020. Il s'agit là d'une forte demande des laboratoires pour un minimum de vision nationale harmonisée sur la surveillance de la matrice « Eau » et également « biote ».

Des discussions pourraient également être engagées avec le LABERCA notamment sur les questions de surveillance biote.

A3c : Note annuelle concernant la surveillance de substances actives entrant dans la composition des produits phytosanitaires récemment homologués et leurs métabolites (BRGM, INRAE)

L'autorisation de l'utilisation d'un produit d'usage phytosanitaire incluant une substance active nouvellement autorisée répond à un cadre réglementaire européen précis (règlement 1107/2009). Dans ce cadre, les substances actives font l'objet d'un dossier d'homologation rassemblant un grand nombre d'information sur la substance étudiée, ses caractéristiques physico chimiques, de toxicité, d'écotoxicité, sa mobilité, ses produits de dégradation.

La mise en surveillance de ces substances actives est parfois faite tardivement ou à l'inverse de façon trop rapide sans expertise analytique et chimique. Il s'ensuit dans certains cas l'acquisition et la bancarisation de données parfois peu pertinentes, du fait d'un mauvais choix de la substance à surveiller du point de vue analytique dans l'eau, du fait d'instabilité forte de la substance active et du non suivi de métabolites, ...

Il est proposé de démarrer une action récurrente destinée à étudier les derniers dossiers d'homologation publiés et d'en faire une analyse critique aboutissant à des recommandations pour la mise en surveillance de ces substances et le cas échéant de leurs métabolites. Cette action inclura en fonction des besoins, la création des codes SANDRE adaptés et pertinents.

Il est proposé de mettre en place en 2022 la méthodologie générale de cette action et de l'appliquer à 20 dossiers sur 2022-2023.

Communication

Les programme de travail Aquaref est communiqué sur le site.

Valorisation et transfert

Notes de positions à diffuser sur le site.

Rapports

Réunions avec les différents acteurs de la surveillance

2. Travaux antérieurs

Durant les dernières années les principales actions ont été les suivantes :

- Recueillir et hiérarchiser les demandes des gestionnaires de bassin (AE, OE) à travers des rencontres régulières. Apporter un appui aux gestionnaires dans leurs échanges avec les prestataires.
- Mettre à jour les guides techniques pour les donneurs d'ordre et harmoniser les exigences de performance
- Contribuer au « Guide pour la demande de prestation d'échantillonnage et d'analyse physicochimique dans le cadre de la surveillance DCE » (DEBG OFB)
- Assister l'OFB pour l'agrément des laboratoires
- Assister le Ministère pour la mise à jour et la révision des arrêtés Surveillance et Evaluation
- Engager la collaboration avec le COFRAC pour la mise en cohérence des protocoles d'accréditation et des prescriptions de l'arrêté Agrément des laboratoires (méthodes hydrobiologiques)
- Proposer des méthodologies pour l'évaluation des tendances dans les sédiments ainsi que pour estimer le niveau de confiance sur l'indicateur réglementaire de l'état des masses d'eau
- Définir les niveaux de performances pour les substances dites « pertinentes »

3. Jalons, étapes, résultats prévus et calendrier

Jalons (J), Résultats (R) et Indicateurs (I)		Etablissement responsable	Date prév. (en mois après la signature)
A1 – Appui aux autorités			
J	A1a: Appui technique au MTES pour les textes réglementaires et appuis divers (BRGM , LNE, INERIS, INRAE) : cf Rapport annuel	BRGM	M+12
J	A1b : Appui technique à l'OFB et au MTES pour la gestion du dispositif agrément (BRGM , LNE, INERIS, INRAE) : cf Rapport annuel	BRGM	M+12
J	A1c: Appui à la mise en œuvre de la surveillance chimique sur échantillonnage passif : coordination des différentes actions et acteurs Aquaref concernant la surveillance par EIP (BRGM , INERIS, INRAE, LNE) – cf rapport annuel		M+12
J	A1d : Participation aux groupes de travail et de pilotage de la DCE : volet chimie (BRGM , INERIS, INRAE, LNE) :	BRGM	M+12

		cf Rapport annuel		
	J	A1d : Participation aux groupes de travail et de pilotage de la DCE : volet bioindication : cf Rapport annuel	INRAE	M+12
A2 – Appui aux gestionnaires				
	J	A2a : Appui aux gestionnaires : OFB, AE, OE, DEAL, DREAL : réunions et appuis techniques (BRGM , INERIS, INRAE, LNE) : compte-rendu de réunion	BRGM	dans les 2 mois suivant la réunion
A3 - Eléments d'aide à la décision pour l'élaboration et la mise en œuvre de la politique de surveillance				
	R	A3a : Note d'information sur le paramètre Total PFAS (BRGM)	BRGM	M+20
	J	A3b : Favoriser des synergies entre laboratoires de référence dans les domaines de l'environnement et de la santé (BRGM , LNE) : compte-rendu de réunion	BRGM	dans les 2 mois suivant la réunion
	R	A3c : Note de synthèse sur les dossiers d'homologation de phytosanitaires (BRGM , INRAE)	BRGM	M+20

Indicateurs permettant d'estimer l'atteinte des objectifs du projet

Indicateur	Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
Rapport d'activité intermédiaire	BRGM	M+12
Rapport d'activité final	BRGM	M+22

THÈME B

**Mettre en œuvre
les méthodes de bioindication
dans la surveillance et l'évaluation**

AQUAREF – Thème B – Mettre en œuvre les méthodes de bioindication dans la surveillance et l'évaluation

Projet n°	AQUAREF – Thème B	
Contexte du projet	Assurer le transfert aux opérateurs de la surveillance et de l'évaluation des méthodes biologiques requises par la DCE. Ce transfert peut comprendre l'appropriation des méthodes par les différents niveaux d'opérateurs (formation pour les opérateurs d'acquisition de données, intervenant de l'évaluation, etc.), le développement de connaissances nécessaires à l'application des méthodes de bioindication dans les systèmes nationaux (travaux sur les incertitudes), la mise au point d'outils ou de guides pour ces méthodes.	
Objectifs du projet	Le programme 2022-2023 vise à assurer la continuité des actions de transfert aux opérateurs pour les actions inscrites sur le moyen ou long terme, et à envisager l'évolution des méthodes de façon prospectives. Plusieurs actions visent également à mettre à jour les méthodes appliquées pour l'évaluation, suivant les besoins exprimés dans le recueil des besoins établi pour 2022-2023. NB : L'articulation des actions dans l'ensemble du programme doit être vue dans la continuité, malgré le décalage de programmation qui s'est produit en 2020.	
Résumé du projet	<p><u>B0 - Pilotage du thème (INRAE)</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • Coordination de la programmation, du suivi et de la finalisation des résultats • Animation des interactions avec les autres thèmes notamment A, E, I et H. <p><u>B1 – Etudes techniques et scientifiques</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • B1.9 Adaptation des méthodes par télédétection satellitaire à l'évaluation à partir des indices pigmentaires en milieu marin (Ifremer Sète) • B1.11 Mise en œuvre des EIL « Zostères » (Ifremer Brest) • B1.12 Mise en œuvre des EIL « Macrophytes en lagunes poly-euhalines » (Ifremer Sète) • B1.15 : Etablir des passerelles entre IBD calculées sur la base de la méthode conventionnelle et sur celle de l'approche métabarcoding (INRAE CARTEL et EABX) • B1.16 : Mettre à jour les profils écologiques diatomées pour les méthodes Métropole (IBD) et Antilles (IDA) (INRAE EABX) <p><u>B2 – Recommandations techniques</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • Elaboration d'un guide virtuel d'identification des formes tératologiques des diatomées benthiques (INRAE EABX) <p><u>B3 – Formations et outils</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • B3.2 : Formation Macrophytes cours d'eau (INRAE) • B3.3 : Formation phytoplancton en lac et indice IPLAC (INRAE) • B3.7 : formation Cyanobactéries et IPLAC (INRAE) 	
Acteurs	Responsable Aquaref	INRAE : C. Chauvin (pilote de thème) IFREMER : R. Buchet
	Autres correspondants Aquaref	INRAE: C. Laplace-Treuture IFREMER : S. Coudray, N. Neaud-Masson, I. Auby, C. Rollet
	Responsable OFB	N. Hette-Tronquart
	Autres correspondants OFB	O. Monnier

	Autres correspondants	MTE : Claire-Cécile Garnier
--	-----------------------	-----------------------------

Projets liés	Thèmes A, E et I du programme Aquaref		
---------------------	---------------------------------------	--	--

Date de rédaction	Novembre 2021	Version	V1
--------------------------	---------------	----------------	----

Programme détaillé du projet

1. Cadrage

Périmètre et finalité du projet

Plusieurs types de travaux sont compris dans le thème B et répondent à différents besoins :

- Développer les connaissances nécessaires à l'implémentation et à l'optimisation des méthodes dans la surveillance
- Améliorer et harmoniser les pratiques des opérateurs, former les opérateurs.
- Assurer la cohérence entre le développement des méthodes et les référentiels techniques.

Ainsi, les principales actions en 2022-2023 viseront à :

- Encadrer la mise en œuvre des protocoles d'acquisition de données par les opérateurs afin de garantir une qualité de données homogène. Il s'agit de participer aux formations techniques ou essais collaboratifs nouveaux ou déjà en place (poursuite des programmes précédents).

Les utilisateurs finaux de ces actions sont principalement les gestionnaires (Agences de l'eau, DEB) et les opérateurs de la surveillance (bureaux d'étude, DREAL, laboratoires).

B0 – Pilotage du thème

L'action consiste en la programmation, le suivi et la valorisation des actions du thème :

- Animation et préparation de la programmation du cycle et/ou de l'année suivante, préparation des éléments pour le pré-cadrage, rédaction de la fiche de programmation
- Participation aux réunions du CST Aquaref intégrant les animateurs de thèmes
- Coordination de la rédaction du rapport d'avancement
- Echanges et des interactions entre les acteurs du thème B et des autres thèmes, en particulier A, E et I, ainsi qu'avec les acteurs extérieurs d'Aquaref
- Permettre une meilleure efficacité de l'action Aquaref : transfert, valorisation des travaux...

B1 – Etudes techniques et scientifiques

B1.9 : LITTOSAT - Ifremer Sète

Suite à une première analyse des résultats issues du projet LITTOSAT, il ressort que les traitements OC5PHYSAT permettent bien d'identifier les débuts et fin de bloom sur Oléron, mais la comparaison avec les comptages de cellules partiels du REPHY n'est pas suffisamment précise pour valider correctement les tables de l'algorithme.

Pour assurer une meilleure validation de la mesure satellite en eaux semi-turbides, il est envisagé de continuer sur une nouvelle action Aquaref en 2022/2023 pour assurer une seconde campagne étalée durant tout le bloom printanier sur le point de référence REPHY « AUGER », avec 1 prélèvement d'eau spécifique tous les 15 jours, soit 8 analyses HPLC environ qui pourraient être traitées par le LER Arcachon.

L'idéal serait ensuite de compléter les prélèvements REPHY en spatialisant géographiquement la mesure avec un AOA Algae Online afin de quantifier exactement in situ les 4 PFT reconnaissables par satellite dans une grille de 3km² autour du point Auger (à réaliser 3 ou 4 fois pendant le bloom par exemple).

La validation des données satellitaires avec cette base *in situ* pourrait ensuite être effectuée sur les

résultats de l'algorithme IFREMER mais aussi sur les données PFT ESA-CMEMS disponibles via le service Copernicus.

B1.11 : Mise en œuvre des EIL « Zostères » – Ifremer

En octobre 2016, le Laboratoire Environnement Ressources Arcachon (Ifremer/LERAR) a organisé les premiers essais inter laboratoires (EIL) sur l'échantillonnage des herbiers de zostères naines, *Zostera noltei*, selon le protocole mis en œuvre pour la DCE, avec le soutien du LNE.

L'objectif de ces essais était d'évaluer les pratiques des différents opérateurs de la DCE, sur le terrain comme en laboratoire, et de mettre en lumière les points du protocole qui n'étaient pas suffisamment explicites pour permettre une uniformité de la démarche accomplie par les différents opérateurs. En 2018, en utilisant ces retours d'expérience, le protocole a été modifié et certains points précisés.

Les résultats de cette EIL ont permis de mettre en évidence qu'une source importante de variabilité des résultats du classement réside dans les erreurs d'estimation du recouvrement des zostères naines mesuré (1) visuellement sur le terrain et (2) informatiquement, à l'aide du logiciel ImageJ, sur les photographies prises dans les quadrats.

Pour cette raison, il est apparu nécessaire d'effectuer régulièrement une intercomparaison de tous les opérateurs (de plus en plus nombreux) pour cette phase, débouchant sur d'éventuelles mises à niveau de certains d'entre eux. Il a alors été décidé d'organiser régulièrement un partage d'une série de photographies de quadrats présentant différents taux de recouvrement de zostères, ces images étant traitées par les différents opérateurs et les données obtenues étant traitées statistiquement ; Cette action a été entreprise en juin 2021 (action Aquaref portée par les laboratoires environnement ressource - LER - Ifremer d'Arcachon et de Dinard) et les résultats obtenus seront restitués à la fin de l'année 2021.

Par ailleurs, il est apparu souhaitable que les agents de terrain disposent de documents graphiques, donnant des exemples de recouvrement des zostères dans les quadrats (affectation à l'une des 6 classes considérées), afin d'orienter leur choix lors des observations sur le terrain. Ce document, établi sur la base du modèle élaboré par l'INRAE pour les macrophytes en eau douce, mais adapté aux différentes distributions possibles des zostères dans les quadrats, pourrait en effet constituer une aide précieuse pour faciliter l'estimation du recouvrement par les opérateurs. Ce travail pourrait être réalisé sur la base des photographies utilisées pour l'EIL de 2021, montrant une grande diversité de taux de recouvrement et de distribution des plantes dans les quadrats, et les ressources du logiciel de traitement d'images. Cette action serait réalisée en 2022 dans le cadre de la programmation Aquaref.

Cette action comprend un stage de seconde année INTECHMER « formation de cadre technique génie de l'environnement marin », stage professionnel de 8 semaines en 2e année. Le stage se déroulera au sein du LER BN.

B1.12 : Mise en œuvre des EIL « Macrophytes en lagunes poly-euhalines » – Ifremer Sète

a/ Contexte général

La variabilité spatiale et temporelle des prélèvements de macrophytes réalisés sur les lagunes poly-euhalines (salinité >18 PSU) dans le cadre de la DCE est bien estimée. En revanche, la variabilité, entre agent d'une même équipe et inter-équipe, liée aux observations réalisées in situ (évaluation du recouvrement) reste à préciser.

Un premier travail exploratoire a été réalisé en 2018 en ce sens 2, afin d'estimer la variabilité inter-opérateur au sein de l'équipe LER/LR d'Ifremer. Ce travail s'est intéressé aux incertitudes liées à l'évaluation du recouvrement végétal des macrophytes. Afin d'estimer la variabilité inter-opérateur, un questionnaire a été soumis aux agents du LER, qui devaient évaluer les pourcentages de

² Dijoux L. (2018). Evaluation de l'incertitude liée à l'identification et à l'évolution du recouvrement des macrophytes des lagunes méditerranéennes dans le cadre de la DCE. 29 p.

recouvrement à partir d'images.

Il s'agirait donc de poursuivre ce travail en s'appuyant cette fois-ci sur des observations in situ et de l'étendre aux prestataires avec lesquels nous réalisons nos études. Les suivis DCE des macrophytes sont réalisés en immersion (plongée en scaphandre ou en PMT selon la profondeur), contrairement à ce qui est fait dans les autres LER, ce qui justifie l'intérêt d'effectuer un EIL "méditerranéen", intégrant l'ensemble des laboratoires/prestataires mettant en œuvre le protocole DCE spécifique aux lagunes.

Les actions envisagées viseraient donc à poursuivre l'étude d'incertitude attachée aux estimations individuelles et moyennées (des deux plongeurs) des valeurs de recouvrement sur le terrain afin de les intégrer dans l'intervalle de confiance à l'EQR Macrophytes.

Cet exercice consisterait en la réalisation d'un EIL inter-agents du LER/LR sur 1 journée et serait renouvelé avec les bureaux d'étude. Ce premier volet serait essentiellement orienté sur les observations du recouvrement des macrophytes sur la lagune de Thau (intervention en scaphandre autonome) sur des zones préalablement sélectionnées et sur lesquelles des transects matérialisés seraient fixés afin de pouvoir les différentes estimations de recouvrement.

b/ Durée de l'étude et calendrier prévisionnel

Durée du projet : 1 mois (mois de juin 2022)

NB : Aucune action de terrain n'est programmée en 2022, il serait donc envisageable d'organiser cet exercice au printemps de cette année.

B1.15 : Etablir des passerelles entre IBD calculées sur la base de la méthode conventionnelle et sur celle de l'approche métabarcoding - INRAE

Les diatomées benthiques sont utilisées pour évaluer l'état écologique des cours d'eau et des plans d'eau au moyen de méthodes microscopiques (identification morphologique). Depuis 10 ans, les méthodes basées sur les techniques de métabarcoding haut débit basée sur l'identification ADN des espèces de diatomées sont développées, dont en France par INRAE (UMR Carrtel, Thonon-les-Bains), spécifiquement orientées vers le calcul d'indicateurs d'évaluation DCE. INRAE (UR Eabx, Bordeaux Cestas) est également référent pour le développement et la mise à jour de l'indice diatomées IBD, qui est règlementairement utilisé en France pour l'évaluation biologiques DCE. L'action proposée se déroulera en plusieurs phases dont seule la première est incluse dans le programme Aquaref 2022-2023. Elle pourra débuter fin 2022, et sera réalisée principalement au premier semestre 2023 sur une durée de 8 mois. Par souci de cohérence, c'est la totalité du programme qui est décrit et expliqué ici.

Les travaux menés dans cette action se composeront de 2 phases :

- 1^{ère} phase (programme Aquaref 2022-2023) :

Volet Bioinformatique :

- Mise en place d'une base de données rassemblant les fichiers de séquençage (et ses metadata) et de taxonomie. Les séquençages des échantillons des campagnes de 2016-2017 (campagne nationale), 2019 (Dreal Bretagne), 2021 (LPL-Artemis) seront utilisés. Les données physico-chimiques seront associées à ces données de séquençage.

Volet Etat des lieux en vue d'établir une passerelle entre des calculs d'IBD par métabarcoding et IBD en morphologie :

- Comparaison des communautés existantes en métropole (base historique morpho), aux communautés disponibles en ADN : échantillons 2016-2017, 2019, 2021

- Identification des gradients mal représentés dans les bases de données métabarcoding, dans l'optique d'acquérir les données complémentaires pour une analyse comparative sur l'ensemble des gradients de qualité biologique (cette acquisition de données ne fait pas partie de cette première phase de travaux).

- 2^e phase (suites envisagées de la phase 1 pour un futur programme Aquaref) :

Volet Identification des meilleures pratiques, optimisant la passerelle IBD ADN -> morpho :

- Conservation ADN (fixateur, durée de conservation) : exploitation des résultats d'une expérimentation existante en vue de ressortir les meilleures stratégies pour un IBD-ADN fiabilisé
- Protocole de laboratoire (Kit d'extraction, PCR, séquençage) : exploitation des résultats d'un ring test européen, en vue de ressortir les meilleures stratégies pour un IBD-ADN fiabilisé.

Volet - Communication :

- Rédaction d'une première version d'un guide de bonnes pratiques
- Premières propositions de protocoles (en vue d'une normalisation ultérieure)
- Proposition sur la base des résultats de la phase 1 d'éventuels nouveaux échantillonnages

B1.16 : Réviser les profils écologiques diatomées pour les méthodes Métropole (IBD) et Antilles (IDA) - INRAE

Contexte

Les indices biologiques basés sur l'analyse des flores diatomiques font partie des éléments d'évaluation de l'état écologique des cours d'eau de métropole (IBD) et des territoires ultramarins (IDR, IDA, IDGF). Les modalités de mise en œuvre de ces indices, en termes de fréquence de prélèvements et de seuils d'état écologique associés, sont précisées dans les arrêtés de surveillance et d'évaluation nationaux.

Afin d'assurer la fiabilité de l'évaluation compatible avec les exigences de la DCE, il est devenu nécessaire de réviser les profils écologiques des espèces clés utilisées dans le calcul des indices diatomiques, en particulier l'IBD pour le territoire métropolitain et l'IDA pour les Antilles. En effet, l'évolution temporelle à la fois de la biodiversité diatomique des cours d'eau (arrivée sur le territoire de nouvelles espèces par exemple), et de la taxonomie (création de nouvelles espèces à partir d'un complexe taxonomique initial) rend partiellement obsolète la liste d'espèces clés et de leur profil indiciel établie en 2007 pour l'IBD. De plus dans le cas de l'IDA, outil de genèse assez récente mis au point aux Antilles dans un contexte biogéographique initialement mal connu, l'indice nécessite d'être stabilisé à partir d'une assise plus importante de données, issues des campagnes de surveillance mises en œuvre depuis sa création. En effet, de nouvelles espèces ont été répertoriées au fur et à mesure des campagnes de réseaux de surveillance et certaines, de plus en plus souvent rencontrées, nécessitent une attribution de profil écologique dans la méthode.

Détail des actions

- Récupération des données disponibles concernant les flores diatomiques et la physico-chimie associée pour la métropole et les Antilles ; nettoyage et stockage des données ;
- Détermination de la liste actualisée des espèces clés pour les deux indices, et mise à jour de leur profil écologique ;

- Comparaison des résultats d'évaluation de l'état écologique à partir des versions initiales et revues des deux indices.

Résultats

- un rapport technique comportant la méthodologie de révision des profils IBD et IDA, ainsi que la table des profils revus, et l'impact de la nouvelle version des indices sur l'évaluation de l'état écologique ;
- une version électronique de la table des profils pour intégration dans le SEEE.

B2 – Recommandations techniques

B2.1 Guide en ligne diatomées formes tératologiques - INRAE

L'Indice Biologique Diatomées (IBD), indicateur réglementaire en France pour l'évaluation de qualité biologique, prend en compte la proportion de diatomées déformées dont le profil de probabilité de présence est indicateur de stress. Pourtant, ce critère sensible dans l'IBD est insuffisamment renseigné, en particulier parce que les opérateurs sont confrontés à un problème de subjectivité dans l'attribution du caractère tératologique à une diatomée quand la déformation est subtile. Pour garantir la qualité de l'outil existant IBD, et optimiser/améliorer la prise en compte du stress toxique via les déformations des diatomées, il est nécessaire de partager les connaissances sur les déformations observées sur le territoire et les conditions environnementales associées. A ces fins, la mise en place d'un recueil iconographique des diatomées déformées sur le territoire, qui sera abondé par les opérateurs de la surveillance (diatomistes des services de l'état et bureaux d'étude), permettra de documenter les tératologies les plus communes.

Cette interface iconographique collaborative vise à acquérir une large base de données d'images de tératologies et à illustrer la diversité spécifique, ou au contraire la stabilité, des types de déformations (Falasco et al. 2021) rencontrés pour les espèces métropolitaines, et ainsi fournir une aide à la détermination du statut tératologique ou non. Par exemple, en cas de doute pour un individu observé considéré comme "légèrement déformé", la consultation du recueil pourra permettre de confirmer la déformation (si ce qu'on observe correspond à une variante « atténuée » typique de la/les déformations qu'ont usuellement cette espèce) ou de l'infirmer. Cette aide pourra être utilisée par des observateurs de tout niveau de connaissance préalable en morphométrie.

Quelques travaux récents ont suggéré que les types de tératologies, les espèces impactées par les déformations, et la sévérité des déformations, peuvent être indicatrices de stress particuliers (Lavoie et al. 2017, Falasco et al. 2021) et/ou de l'intensité du stress toxique (Olenici et al. 2017, Cerisier et al. 2019). La sévérité des déformations, dans ce dernier cas, était déterminée par l'application manuelle d'analyses morphométriques sur les microphotographies.

Dans une phase ultérieure de l'action proposée ici, l'analyse de l'intensité des déformations pourrait être systématisée par la mise en œuvre de méthodes d'intelligence artificielle actuellement en forte émergence pour l'analyse automatisée des images (par exemple analyse semi automatisée SHERPA, Kloster et al. 2014), et être comparée au gradient de déformations déjà disponible dans la base de données d'images. L'acquisition de données sur l'intensité des déformations et les espèces touchées, en parallèle des caractéristiques environnementales, permettra d'analyser plus finement les relations statistiques entre tératologies et stress (toxique ou non, par exemple limitation en nutriments ou silice) et de définir conjointement des limites de déformations (degré de divergence à la forme normale, abondance relative minimale) pour la prise en compte ou non d'individus déformés dans les inventaires pour le calcul de l'IBD.

Action 2022-2023

La construction du guide en ligne requiert :

- 1) le montage de l'interface "web" interactive et collaborative, en fine adéquation avec les besoins de "rendu" (spécifications techniques et ergonomiques de l'interface) des collègues hydrobiologistes des DREAL et conforme aux caractéristiques d'image nécessaires pour l'analyse automatisée d'image (format, métadonnées)
- 2) la fourniture d'un protocole d'acquisition de photos, la récupération des images et leur bancarisation sous un format qui permet ensuite une automatisation (avec curation) de la mise en ligne des références iconographiques et une mise à jour facilitée (par rapport à un guide imprimé)
- 3) simultanément la récupération et la bancarisation des inventaires diatomiques complets et des données environnementales disponibles associées
- 4) la mise à disposition des images en ligne pour consultation par les opérateurs, avec une arborescence taxonomique et une description des typologies existantes de tératologies

Parallèlement, la discussion autour des questions sur les causes de tératologies (en plus des toxiques) sera organisée pour analyser statistiquement les relations entre tératologies et divers paramètres de stress (à partir des données collectées et des bases de données historiques afin d'assurer la robustesse des analyses), afin de les prendre en compte dans le diagnostic associé aux évaluations de qualité de l'eau basées sur les communautés de diatomées (notamment évaluation de l'erreur associée à la non prise en compte des tératologies dans la note IBD).

Suites envisagées (action à valider pour programmation en 2023-2024)

Afin d'améliorer la réponse des métriques « tératologies » au stress toxique, le développement de l'analyse automatisée d'images permettra de décrire le degré de déformation des individus de manière non subjective, en calculant (au travers d'un outil en ligne) le degré de déviation à la forme normale des individus déformés observés. L'acquisition de ces informations permettra de stabiliser les métriques d'évaluation utilisant les liens établis entre la sévérité de la déformation, la fréquence d'occurrence des déformations par espèce et le niveau de stress subi pour affiner le score "% tératos" de l'IBD.

B3 – Outils et formation

B3.2 : Formation Macrophytes cours d'eau – INRAE

La méthode d'évaluation Macrophytes de la qualité des cours d'eau, mise en œuvre dans les réseaux de surveillance depuis le 2ème cycle DCE, fait l'objet de stages de formation des opérateurs depuis plus de 12 ans. Ces stages comprennent plusieurs sessions : "méthode DCE", "perfectionnement détermination des algues". Le besoin reste identifié. Cette formation sera donc maintenue, et sera programmée au printemps 2022 si les conditions d'organisation le permettent.

B3.3 : Formation Macrophytes cours d'eau IBMR - Approfondissement – INRAE

La première session organisée en 2018 au Centre du Paraquet avait montré l'intérêt d'une formation spécifique visant à expliciter le détail méthodologique de la méthode d'évaluation cours d'eau basée sur les macrophytes et l'IBMR, et les principes de l'exploitation fine des résultats produits par ce protocole. Après plusieurs reports dus à des raisons diverses, une session a pu être organisée en septembre 2021. Le retour des participants et la demande toujours exprimée conduite à programmer à nouveau cette formation en 2022.

B3.7 : Formation Cyanobactéries en lac pour l'indicateur IPLAC – INRAE

En 2019, l'action B-3.3, reportée, avait été réorientée vers un nouveau besoin identifié : Une formation spécifique à la détermination des cyanobactéries a été organisée en partenariat avec l'Université de Clermont-Auvergne (station de Besse-en-Chandesse). Cette première session ayant été positivement évaluée, et correspondant à un besoin identifié par les opérateurs, elle est reprogrammée en 2022 en tant qu'action formelle.

2. Jalons, étapes, résultats prévus et calendrier

La date prévisionnelle de mise à disposition des produits sera fonction de la date de signature de la convention de partenariat. Elle est à priori fixée au 12^{ème} mois après la date de signature.

Jalons (J) et Résultats (R)			Etablissement responsable	Date prév.
B1.9	R	Rapport : Adaptation des méthodes par télédétection satellitaire à l'évaluation "indices pigmentaires" en milieu marin	Ifremer	M+12
B1.11	R	Rapport : Mise en œuvre des EIL Zostères	Ifremer	M+12
B1.12	R	Rapport : Mise en œuvre des EIL « Macrophytes en lagunes poly-euhalines »	Ifremer	M+12
B1.15	R	Rapport du bilan de la phase 1	INRAE	M+20
B1.16	R	Rapport technique	INRAE	M+20
B2.1	R	Guide en ligne d'aide à la détection des formes tératologiques des diatomées	INRAE	M+20

Indicateurs permettant d'estimer l'atteinte des objectifs du projet

Indicateur	Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
Rapport d'activité intermédiaire	INRAE	M+12
Rapport d'activité final	INRAE	M+22

THÈME C

**Améliorer les opérations d'échantillonnage
et de mesures in situ**

AQUAREF – Thème C – Améliorer les opérations d'échantillonnage et de mesures in situ

Projet n°	AQUAREF – Thème C
Contexte du projet	<p>A l'inverse des activités de laboratoire, les activités d'échantillonnage bénéficient de peu d'outils de contrôle et d'assurance qualité permettant de disposer de données quantitatives objectives nécessaires pour améliorer les pratiques et connaître la fiabilité des données (essais interlaboratoires, contrôles qualité, ...). Par ailleurs, l'impact des opérations d'échantillonnage sur la qualité des données ainsi que leur incertitude ne sont pas ou peu connus. Aquaref propose dans le cadre de ce projet de mener des actions méthodologiques visant à mieux connaître l'impact des opérations d'échantillonnage sur les données. Les résultats de ces études méthodologiques seront utilisés pour mettre à jour les guides techniques Aquaref.</p>
Objectifs du projet	<p>Améliorer la connaissance de l'influence du prélèvement sur la qualité des résultats de mesure et en déduire des préconisations concernant l'amélioration et l'harmonisation des conditions de prélèvement. Contribuer à l'amélioration des pratiques d'échantillonnage.</p>
Résumé du projet	<p>C0 - Pilotage du thème (BRGM)</p> <ul style="list-style-type: none">• Programmation, suivi, valorisation des actions du thème <p>C1 – Etudes scientifiques et techniques pour la consolidation des protocoles</p> <ul style="list-style-type: none">• C1a : Veille et acquisition de connaissances concernant les risques de contamination des échantillons lors des opérations d'échantillonnage (INERIS)• C1b1 : Acquisition de données sur la stabilité des substances à surveiller - volet "enquête laboratoires" (BRGM, LNE)• C1b2 : Acquisition de données sur la stabilité des substances à surveiller - volet "études sur site" ou en laboratoire (BRGM, INRAE)• C1b3 : Etude de conservation des échantillons – influence de la température (INERIS, LNE)• C1b4 : Influence de la préparation et du stockage des échantillons solides (biote et sédiment) pour les substances organiques POP (IFREMER, INRAE)<ul style="list-style-type: none">○ Partie A : biote (IFREMER)○ Partie B : sédiment (INRAE)• C1c1 : Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage - volet eau résiduaire (INERIS, LNE)• C1c2 : Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage - volet eau de surface (LNE, INERIS) <p>C2 - Transfert opérationnel : recommandations techniques et accompagnement de leur mise en œuvre</p> <ul style="list-style-type: none">• C2a1 : Guides techniques échantillonnage milieu - matrices eau et sédiment (INERIS, BRGM, LNE, INRAE)• C2a2 : Guide technique échantillonnage milieu - matrice biote DROM (INRAE,

Acteurs	INERIS) <ul style="list-style-type: none"> • C2a3 : Guide technique échantillonnage milieu - matrice biote Métropole (INERIS, INRAE) C3 - Evaluation de la mise en œuvre, retours d'expérience terrain <ul style="list-style-type: none"> • C3a : Pérennisation des essais d'intercomparaison échantillonnage et mesures sur site (INERIS, LNE, BRGM) • C3b : Observation sur le terrain : <i>sans objet 2022/2023</i> • C3c : Améliorer le transfert des méthodes par des rencontres avec les opérateurs de terrain (INERIS, BRGM, LNE) 		
	Responsable Aquaref	BRGM : J-P. Ghestem (pilote de thème)	
		Ifremer : F. Salvetat	
		INERIS : B. Lepot	
		INRAE: M. Coquery	
		LNE : N. Guigues	
	Autres correspondants Aquaref	BRGM : P. Moreau, F. Gal	
		Ifremer : R. Buchet	
		INERIS : C. Ferret, N. Marescaux, A. Assoumani	
		INRAE : C. Miège, C. Guillemain, A. Dabrin	
	LNE : S. Lardy-Fontan		
Responsable OFB	N. Gaury		
Autres correspondants OFB	O. Perceval		
Autres correspondants			
Projets liés	Thèmes A, D et H du programme Aquaref		
Date de rédaction de la fiche	Novembre 2021	Version	V1

Programme détaillé du projet

1. Cadrage

Périmètre et finalité du projet

Dans le domaine de la surveillance environnementale, les activités analytiques en laboratoire ont souvent fait l'objet d'une plus grande attention que les activités liées à l'échantillonnage. Pourtant ces dernières sont des étapes essentielles pour la fiabilité de la donnée finale et pour son utilisation.

A l'inverse des activités de laboratoire, les activités d'échantillonnage bénéficient peu, pour l'instant, d'outils de contrôle et d'assurance qualité permettant de disposer de données quantitatives objectives nécessaires pour améliorer les pratiques et connaître la fiabilité des données (essais interlaboratoires, matériaux de référence, contrôles qualité, ...). En termes d'assurance qualité, l'accréditation « échantillonnage » se développe mais elle est encore moins répandue que l'accréditation sur les analyses. Enfin, l'impact des opérations d'échantillonnage sur la qualité des données ainsi que leurs incertitudes ne sont pas ou peu connus. La connaissance de cet impact pourra orienter les efforts soit vers l'amélioration des pratiques d'échantillonnage, soit vers l'amélioration des pratiques d'analyse et elle permettra également de mieux connaître la fiabilité des données acquises dans les programmes de surveillance et donc la fiabilité de l'évaluation de l'état des masses d'eau.

Depuis les premiers programmes Aquaref, il est apparu indispensable de proposer des actions dans le but d'améliorer des pratiques d'échantillonnage ainsi qu'évaluer leur impact sur la donnée. Parmi les actions engagées depuis plusieurs années, la réalisation d'essais collaboratifs sur l'échantillonnage a notamment permis, par l'évaluation quantitative et qualitative des pratiques, de rédiger des guides techniques nationaux sur l'échantillonnage, de mettre en place des formations et de mener des études techniques ciblées sur des problèmes liés aux pratiques d'échantillonnage. Enfin les premières études ont permis d'acquérir des données sur l'impact de l'échantillonnage sur la variabilité des données.

Aquaref propose dans le cadre de ce projet de poursuivre ces actions sur l'échantillonnage suivant les 3 axes suivants :

- Etudes scientifiques et techniques pour la consolidation des protocoles
- Transfert opérationnel : recommandations techniques et accompagnement de leur mise en œuvre
- Evaluation de la mise en œuvre, retours d'expérience terrain

Un axe est également dédié à l'animation de ce thème (programmation, suivi, ...).

C0 – Pilotage du thème (BRGM)

L'action consiste en l'animation de la programmation, du suivi des actions du thème C. Maintien de la cohérence des actions du thème.

C1 – Etudes scientifiques et techniques pour la consolidation des protocoles

C1a : Veille et acquisition de connaissances concernant les risques de contamination des échantillons lors des opérations d'échantillonnage (INERIS)

Les résultats de la campagne « Emergents Nationaux 2018 », ont mis en évidence la présence de détergents (LAS), dans les blancs de terrain réalisés par les organismes de prélèvement. Les sources de contamination peuvent être diverses (nettoyage du système de prélèvement avant un détergent, lieu d'échantillonnage dans la masse d'eau (surface, mi-colonne d'eau), etc...).

De plus, le Comité national d'Experts pour la Priorisation (CEP) a recommandé l'intégration des LAS

comme Substances Pertinentes A Surveiller (SPAS) pour le prochain cycle de surveillance.

Afin de fiabiliser les données de mesures sur cette famille, il est proposé pour 2022, de concevoir le cahier des charges dont l'objectif serait d'évaluer les sources de contamination des LAS lors des opérations d'échantillonnage (questionnaire sur les pratiques de nettoyage mises en œuvre par les organismes de prélèvement, étude d'impact de l'endroit sur la colonne d'eau où est réalisé l'échantillonnage (surface, mi- hauteur de la colonne d'eau, etc., ...).

La conduite de l'étude, quant à elle, serait planifiée sur 2023.

C1b : Acquisition de données sur la stabilité des substances à surveiller

- C1b1 - Volet "enquête laboratoires" (BRGM, LNE)

Aquaref a proposé en 2018 de lancer une action visant à recueillir les données de stabilité disponibles dans les laboratoires nationaux (ceci afin d'éviter la multiplication des études de stabilité effectuées par chaque laboratoire). Cette action est réalisée en partenariat avec l'ANSES. En 2018 - 2019 cette action s'est formalisée par une demande d'intention de participation puis par l'envoi aux laboratoires volontaires d'une liste de paramètres sur lesquels il était demandé des données de stabilité. En 2020/2021 les données reçues ont été exploitées et une réunion d'échanges avec les laboratoires ayant contribué a été organisée.

Suite à la suggestion de laboratoires en réunion, il est apparu qu'il serait nécessaire de lancer une enquête sur les substances particulièrement instables, et donc pour lesquelles il n'est pas pertinent de demander une surveillance (exemple historique des substances captane, folpel,...). L'action consistera donc à recenser ces substances auprès des laboratoires, valider les substances concernées et le cas échéant faire des recommandations pour une surveillance alternative.

- C1b2 - Volet "études sur site" ou en laboratoire (BRGM)

L'argent est un élément trace métallique dont le comportement est spécifique en termes de stabilité. Alors que les autres éléments sont très stables dès lors qu'ils sont stabilisés avec de l'acide nitrique, l'argent présente à l'inverse des instabilités en solution. Il est proposé de réaliser une étude de stabilité sur cet élément pour une 10 aine d'échantillons, en suivant les recommandations du guide AFNOR récemment publié. L'argent fait partie de la liste des substances pertinentes à surveiller et devrait devenir une substance PSEE à l'occasion de la révision de l'arrêté surveillance.

- C1b3 - Etude de conservation des échantillons – influence de la température (INERIS, LNE)

En 2019, lors de la réunion annuelle entre AE/Aquaref/OFB, l'AE Rhône Méditerranée Corse a sollicité Aquaref sur la problématique de conservation des échantillons durant le transport notamment dans le contexte Corse. La majorité des échantillons d'eau de Corse parvient au laboratoire prestataire sous un délai plus important (72h au lieu de 24h) et à une température plus élevée (> 15°C) que les recommandations émises par les guides techniques Aquaref et les normes en vigueur. L'impact du non-respect de ces 2 critères (température et délai) est actuellement difficilement mesurable sur les résultats de données de surveillance.

Une première rencontre avec l'AE Rhône Méditerranée Corse a été organisée en septembre 2019. Il a été acté de conduire une étude en conditions réelles (c'est à dire réalisée sur le terrain avec les prestataires du marché) sur l'influence de la température et du délai de transport. Les données issues de cette étude viendront alimenter les livrables sur les études de stabilité ainsi que la normalisation (ISO 5667-3 et ISO 5667-25).

Cette étude planifiée sur 3 ans, et initiée dans la cadre de la coopération précédente, se déroule de la façon suivante :

- 2020 : élaboration, définition de la méthodologie (cahier des charges) avec l'AE et les prestataires du marché surveillance des cours d'eau sur l'AERMC.
- 2021 : mise en œuvre et réalisation des essais terrain avec les prestataires de l'AERMC
- 2022 : collecte, exploitation des résultats et émission du rapport de l'étude

La méthodologie générale discutée avec l'AERMC est la suivante :

- Triple échantillonnage –12 stations sur AERMC Métropole (sites contrastés)
- Prélèvement Prestataires (accompagnement Aquaref)
 - Conditionnement Prestataire, analyse à réception
 - Conditionnement Prestataire, analyse faite après 3 jours
 - Conditionnement Aquaref (glacières, pains de glace + protocole), analyse à réception
→ point de référence
- Période visée des essais : juin-septembre 2021
- Paramètres concernés : ceux du programme de surveillance RCS
- Prise en charge des analyses et des prélèvements supplémentaires par AERMC

Cette action sera conduite en même temps que l'action C1c3 « incertitude de mesures incluant l'échantillonnage en eau de surface sur le bassin RMC ».

Résultat :

- 2022 : rapport de synthèse des résultats obtenus
- C1b4 - Influence de la préparation et du stockage des échantillons solides (biote et sédiment) pour les contaminants organiques (IFREMER, INRAE)
 - **Partie A : Stabilité des contaminants organiques hydrophobes (COH) dans le biote marin (IFREMER)**

Contexte : Comme pour la plupart des laboratoires d'analyse, l'ensemble des échantillons de biote marin du LBCO, incluant les échantillons de contrôle qualité interne, sont stockés sous forme de lyophilisat, à température ambiante et à l'abri de la lumière. Lors de chaque série d'analyse un échantillon contrôle qualité dont la concentration est connue est intégré afin de certifier le bon déroulement du process analytique. Les résultats sont ensuite reportés sur une carte de contrôle. Nous avons pu observer des déviations au cours du temps pour certains COH (diminution des concentrations). Des tests préliminaires réalisés sur quelques composés cibles indique que les conditions de stockage (lyophilisation, température...) jouent un rôle dans la stabilité de certains contaminants au sein des échantillons.

Les objectifs de cette étude sont les suivants : améliorer les connaissances sur les COH pouvant être analysés en fonction du mode de conservation d'un échantillon de biote ; préconiser des conditions de stockage pour l'analyse des COH dans le biote.

Une veille bibliographique sera réalisée sur les études de stabilité des COH dans les matrices environnementales biologiques lors de l'étape de prétraitement et de conservation des échantillons avant analyse des COH.

Une étude de stabilité sera menée sur les COH analysés au laboratoire : retardateurs de flamme bromés historiques et d'intérêt émergent, pesticides organochlorés, polychlorobiphényles, esters organophosphorés, composés perfluoroalkylés. L'objectif est d'évaluer l'impact de la forme de stockage (frais ou lyophilisé) et de la température. L'évaluation portera sur un échantillon de biote (moule *Mytilus* sp.) provenant d'une zone contaminée en analytes cibles. Les contaminants absents seront étudiés sur ce même échantillon supplémenté. Les conditions de stockage testées sont les suivantes : lyophilisat conservé à température ambiante, lyophilisat conservé à -20°C, échantillon frais congelé à -20°C lyophilisé juste avant analyse. Le suivi cinétique sera réalisé sur une période totale de 8 mois avec des durées de stockage intermédiaires (T1 mois, T2, T4, T8).

Résultat :

2023, M+20 : Rapport final sur l'influence de la préparation et du stockage des échantillons de biote pour les contaminants organiques.

- **Partie B : Stabilité des contaminants dans les MES/sédiments (INRAE)**

Contexte / objectifs : Il s'agit d'étudier la stabilité d'un large panel de substances organiques émergentes dans les MES et sédiments, avec focus sur l'étape de lyophilisation (volet 1 / année 1) puis sur le mode de conservation des sédiments lyophilisés (volet 2 / année 2).

Volet 1- Stabilité des substances organiques pendant la lyophilisation :

Un état de l'art sera réalisé sur les études de stabilité pendant la lyophilisation de matrices environnementales solides en vue de l'analyse de contaminants organiques (hors substances classiques de type POP).

En complément, une étude expérimentale est proposée sur l'effet de la lyophilisation de sédiments pour des contaminants d'intérêt émergents vis-à-vis desquels aucune étude de stabilité n'a encore été réalisée (type pharmaceutiques, hormones, pesticides, ...). Des analyses seront réalisées avec et sans lyophilisation de sédiments naturellement contaminés et aussi de sédiments dopés.

Volet 2 - Stabilité des échantillons après lyophilisation et avant analyse :

Un état de l'art sera réalisé sur les études de stabilité pendant le stockage (avec description des modes de conservation) de matrices environnementales solides en vue de l'analyse de contaminants organiques (hors substances classiques de type POP).

En complément, une étude expérimentale est proposée sur la stabilité dans les sédiments lyophilisés de contaminants d'intérêt émergents vis-à-vis desquels aucune étude de stabilité n'a encore été réalisée (type pharmaceutiques, hormones, pesticides, ...). La stabilité sera testée sur des échantillons réels de MES/sédiments contaminés qui auront été préalablement lyophilisés : des échantillons de zone agricoles, agricoles/urbaines et urbaines. Seule la température de stockage sera testée : température ambiante dans dessiccateur ; congélateur à -20°C ; enceinte très basse température à -80°C. Les durées de stockage envisagées sont : T0, T1, T2, T6, T12 et T18 mois.

Résultats :

- Année 1, M+12 : rapport final sur les effets de la lyophilisation sur la stabilité des substances émergentes dans les sédiments et MES.
- Année 2, M+20 : rapport d'activité sur l'avancement du volet 2.
- C1c1 - Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage - volet eau résiduaire (INERIS, LNE)

Sur la base des différents travaux Aquaref initiés entre 2013 et 2018 sur l'estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage d'eau en cours d'eau et en prenant en compte les spécificités liées à l'échantillonnage des eaux résiduaires, il a été proposé pour 2019 de définir une méthodologie (cahier des charges) pour une mise en application en 2020-2021.

Pour lancer cette étude, Aquaref a rencontré l'AERMC. Cette agence a la particularité de disposer d'un laboratoire de Métrologie et d'être accrédité selon le référentiel ISO 17025 sur l'échantillonnage des eaux résiduaires. La première réunion de conception a eu lieu en septembre 2019.

Les objectifs de cette étude sont :

- D'évaluer les facteurs influents (tels que le volume de prise d'essai, le type d'asservissement, le type d'appareils) ;
- D'estimer l'incertitude de mesure, en incluant la contribution de l'échantillonnage.

En 2020, dans le cadre de la coopération précédente, les actions suivantes ont été planifiées avec l'AERMC :

- Réaliser les essais concernant l'évaluation des facteurs influents sur l'échantillonnage. Le laboratoire de métrologie de l'agence de l'eau équipé d'un banc d'essais sera mis à disposition d'Aquaref pendant plusieurs semaines. L'agence de l'eau RMC apporte son appui technique sur le fonctionnement du banc (variation de débit, variation de la concentration en paramètres (sel et/ou MES) ;
- Lancer les essais concernant l'estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage sur le territoire national. Les essais sont réalisés avec l'appui d'Aquaref par les opérateurs de l'agence de l'eau et 2 autres organismes de prélèvements indépendants. Les essais sont réalisés sur les

eaux d'entrée et/ou les eaux de sortie de stations d'épuration. Les paramètres envisagés sont : Eau entrée : MES, COT, DCO, Ptot, NKj, conductivité et chlorures et Eau sortie : MES, COT, DCO, Ptot, NKj, NH4, NO3, conductivité et chlorures. Le coût des analyses et du transport est pris en charge par Aquaref.

En 2021, les essais concernant l'estimation des incertitudes se sont poursuivis afin de couvrir au final un nombre minimum de 12 stations d'épuration de typologies différentes. Un 4^{ème} organisme de prélèvement a rejoint l'étude en 2021, ce qui porte le nombre de stations d'épuration à 16.

En 2022, il est prévu d'exploiter les résultats obtenus en appliquant la méthodologie proposée dans le cahier des charges rédigé en 2019.

Résultat : 2022 : rapport de synthèse des résultats obtenus

- C1c2 - Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage - volet eaux superficielles (LNE, INERIS)

L'un des principaux objectifs des mesures environnementales réside dans leur comparaison à des seuils réglementaires. Celle-ci dépend fortement de la connaissance de l'incertitude associée aux mesures. Or, les deux contributions principales de l'incertitude de mesure sont principalement l'incertitude résultant de l'échantillonnage et celle issue de l'analyse. Autant les incertitudes analytiques tendent à être bien maîtrisées et renseignées, autant les incertitudes liées à l'échantillonnage sont mal connues, et souvent non décrites et non estimées.

Une étude de validation initiale a été réalisée à l'échelle de deux bassins hydrographiques : le bassin Artois Picardie (2013-2015) et le bassin Loire Bretagne (2016-2018). Le bassin Artois Picardie, est caractérisé par un grand nombre de rivières canalisées des pressions industrielles et les prélèvements se font majoritairement au seau. A l'opposé, le bassin Loire Bretagne est caractérisé par des pressions principalement agricoles et les prélèvements se font principalement à pied dans le cours d'eau. Enfin le nombre de prestataires impliqués dans la surveillance des cours d'eau est unique pour le bassin Artois Picardie et multiple pour le bassin Loire Bretagne.

Il a été proposé de réaliser une étude de validation initiale sur le bassin Rhône Méditerranée, en collaboration avec l'Agence de l'eau AERMC sur la période 2020-2022. Les pressions sur ce bassin sont à la fois industrielles et agricoles. Par ailleurs la typologie des cours d'eau intègre des cours d'eau de montagne.

Les objectifs de cette étude sont :

- D'estimer l'incertitude de mesure, en incluant la contribution de l'échantillonnage ;
- De vérifier que les protocoles mis en œuvre dans le cadre du programme de surveillance DCE de la qualité des cours d'eau (matrice eau) de ce bassin sont adéquats au regard des objectifs de mesure.

En 2020, dans le cadre de la coopération précédente, l'étude de validation a été conçue avec l'Agence de l'Eau AERMC. Les différents points comme la sélection des stations ainsi que le programme des essais ont été définis. L'organisation de la mise en œuvre avec le laboratoire prestataire de l'Agence de l'Eau a également été définie.

En 2021, un suivi de la mise en œuvre a été réalisé, avec l'accompagnement des équipes de prélèvement ainsi qu'une réunion à mi-parcours pour faire le point et éventuellement réajuster le programme d'essai.

En 2022, l'exploitation des résultats obtenus sera effectuée, à l'échelle de la station en premier lieu puis à l'échelle du bassin. La nouvelle version du guide Eurachem sur l'incertitude liée à l'échantillonnage propose plusieurs méthodes pour traiter les données quand les concentrations mesurées sont très variables dans le temps ou l'espace. Ces différentes approches seront explorées dans le cadre de cette

étude afin d'améliorer l'estimation de l'incertitude de mesure incluant l'échantillonnage.

Les analyses et les prélèvements seront pris en charge par AERMC.

Cette action sera conduite en même temps que l'action C1b3 « Etude de conservation des échantillons – influence de la température » afin de mutualiser les essais.

Résultat :

- 2022 : rapport de synthèse des résultats obtenus

C2 – Transfert opérationnel : recommandations techniques et accompagnement de leur mise en œuvre

- C2a1 - Guides techniques échantillonnage milieu - matrices eau et sédiment (INERIS, BRGM, LNE, INRAE)

La dernière révision des guides échantillonnages Aquaref pour les milieux cours d'eau, eaux souterraines, plans d'eau et sédiments date de 2017. Plusieurs évolutions et données scientifiques ont été collectées depuis cette date et nécessitent la révision de ces guides. Ils seront mis à jour en 2022.

- C2a2 - Guide technique échantillonnage milieu - matrice biote DROM (INRAE, INERIS)

Afin de combler le manque identifié auprès des DROM sur le volet Biote, un guide technique échantillonnage milieu concernant la matrice Biote dans les DROM sera rédigé en 2023.

Pour 2022, il est prévu de recueillir, au niveau national par le biais du GT Biote et autres instances, l'ensemble des éléments, documents utiles en vue de la rédaction du guide en 2023.

- C2a3 - Guide technique échantillonnage milieu - matrice biote Métropole (INERIS, INRAE)

Le guide technique échantillonnage milieu concernant la matrice biote en Métropole a été publié par Aquaref en 2017. Afin d'intégrer les retours d'expérience des opérateurs de terrain, une actualisation du guide sera menée en 2023.

C3 – Evaluation de la mise en œuvre, retours d'expérience terrain

C3a : Pérennisation des essais d'intercomparaison échantillonnage et mesures sur site (INERIS, LNE, BRGM)

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

Cette réflexion a conduit, dès 2017, à un transfert des essais d'intercomparaison Mesures in situ et Echantillonnage d'eau en cours d'eau et eaux de baignades auprès des OCILs analytiques (BIPEA, AGLAE). Ce transfert a été réalisé par la fourniture d'un cahier des charges, d'une liste de stations de mesures au niveau national sur lesquelles ce type d'essai pourrait être organisé et d'un appui technique par Aquaref sur le terrain (suivi homogénéité du milieu, observation des pratiques, ...).

Depuis 2020, les OCILs mettent en œuvre de façon routinière (3 à 4 fois par an) les essais d'intercomparaison Mesures in situ et Echantillonnage d'eau en cours d'eau et eaux de baignades.

En 2020, il a été proposé de poursuivre les actions destinées à pérenniser des CILs échantillonnage automatique et mesures des paramètres in situ en eaux résiduaires.

L'année 2020/2021 a consisté à :

- Rechercher une station de traitement des eaux usées permettant d'organiser des CILs échantillonnage (prélèvement 24h asservi au débit), à la fois en entrée et en sortie ;
- Élaborer un cahier des charges à destination des OCILs (AGLAE et BIPEA) pour le prélèvement 24h ;
- Réaliser une CIL avec un OCIL en 2020.

Pour l'année 2022, dans le cadre d'Aquaref, il est proposé de :

- Réaliser une synthèse sur les essais d'intercomparaison « Mesures in situ et Echantillonnage d'eau en cours d'eau et eaux de baignades » organisés par AGLAE et BIPEA depuis 2017. L'objectif est de compiler l'ensemble de ces essais en vue d'exploiter les incertitudes de mesures observées ;
- Participer en tant qu'observateur aux essais d'intercomparaison « Echantillonnage automatique et mesures des paramètres in situ » en eaux résiduaires. L'observation des pratiques durant les essais d'intercomparaison est un moyen de rencontrer sur une journée un nombre conséquent d'organismes de prélèvement et d'identifier les sources potentielles de biais lors des opérations d'échantillonnage et de mesures des paramètres in situ sur ce type de matrice. Ces observations permettront d'alimenter, de renforcer les guides techniques Aquaref Echantillonnage Eaux résiduaires, etc.

En parallèle, suite à une sollicitation de l'Agence de l'eau Adour Garonne (AEAG), et en vue de la publication prochaine du FD T 90-523-4 « Guide d'échantillonnage en plan d'eau », une réflexion est proposée en 2022 sur la faisabilité d'un essai d'intercomparaison Echantillonnage Plan d'eau et Mesures des paramètres in situ. Cette réflexion sera menée avec l'AEAG et en fonction des discussions, un essai d'intercomparaison pourra être proposé sur 2023/2024.

Résultats :

- 2022 : Note de synthèse « Essais d'intercomparaison « Mesures in situ et Echantillonnage d'eau en cours d'eau et eaux de baignades- 2017 – 2021 »
- 2023 : Cahier des Charges « essai d'intercomparaison Echantillonnage Plan d'eau et Mesures des paramètres in situ »

Le Rapport Final de l'essai d'intercomparaison « Echantillonnage Plan d'eau et Mesures des paramètres in situ » sera prévu en 2024, dans le cadre d'un autre contrat.

C3b : Observation sur le terrain

Sans objet 2022/2023

C3c : Améliorer le transfert des méthodes par des rencontres avec les opérateurs de terrain (INERIS, BRGM, LNE)

En 2023, une journée technique à destination des organismes impliqués dans les actions relatives à l'échantillonnage sera organisée sur le thème des incertitudes.

Communication

Les programmes de travail Aquaref sont communiqués sur le site.

Valorisation et transfert

Les résultats des travaux sont valorisés sur le site Aquaref et dans le cadre de GT nationaux techniques ou réunions avec les parties prenantes ou journées techniques.

Par ailleurs, dans le cadre de l'implication d'Aquaref au projet européen PARC et plus particulièrement la contribution au Work Package sur la coordination du réseau de laboratoires au sein du projet, il est prévu de valoriser les travaux d'Aquaref sur l'échantillonnage.

2- Jalons, étapes, résultats prévus et calendrier

Jalons (J), Résultats (R) et Indicateurs (I)		Etablissement responsable	Date prév. (en mois après la signature)
C1 - Etudes scientifiques et techniques pour la consolidation des protocoles			
	R	C1a - Impact de l'étape d'échantillonnage sur la qualité de la mesure des LAS dans les eaux Rapport Final 2023	INERIS M+12 (jalons) M+20
	R	C1b1 - Note de synthèse sur les substances très instables identifiées par les laboratoires	BRGM M+12
	R	C1b2 - Rapport sur la stabilité de l'argent.	BRGM M+12
	R	C1b3 - Etude de conception des échantillons- influence température Rapport final 2022	INERIS M+12
	R	C1b4 - Rapport final sur l'influence de la préparation et du stockage des échantillons de biote pour les contaminants organiques.	IFREMER M+20
	R	C1b4 - rapport final sur les effets de la lyophilisation sur la stabilité des substances émergentes dans les sédiments et MES.	INRAE M+12
	J	Rapport d'activité sur l'avancement du volet 2.	M+20
	R	C1c1 - Rapport de synthèse Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage - volet eau résiduaire Rapport final 2022	INERIS M+12
	R	C1c2 - Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage – volet eau superficielle Rapport final 2022	LNE M+12
C2 – Transfert opérationnel : recommandations techniques et accompagnement de leur mise en œuvre			
	R	C2a1 - guides échantillonnage milieu révisés Guides 2022	INERIS M+12
	R	C2a2 - guide échantillonnage biote DROM Guide 2023	INERIS M+12 (Jalons) M+20
	R	C2a3 - guide échantillonnage biote Métropole révisé Guide 2023	INERIS M+20
C3 - Evaluation de la mise en œuvre, retours d'expérience terrain			
	R	<u>C3a - Pérennisation des essais d'intercomparaison échantillonnage et mesures sur site</u> Note de synthèse « Essais d'intercomparaison Mesures in situ et Echantillonnage d'eau en cours d'eau et eaux de baignades- 2017 – 2021 » 2022 Cahier des Charges « essai d'intercomparaison Echantillonnage Plan d'eau et Mesures des paramètres in	INERIS M+12 (Note de synthèse) M+20 (Cahier des charges)

		situ » 2023		
	J	C3c – Compte-rendu Journée Technique Echantillonnage	LNE	M+20

Indicateurs permettant d'estimer l'atteinte des objectifs du projet

Indicateur	Etablissement responsable	Date prév. (en mois après la signature)
Rapport d'activité intermédiaire	BRGM	M+12
Rapport d'activité final	BRGM	M+22

THÈME D

**Améliorer les opérations d'analyses
physico-chimiques**

AQUAREF – Thème D – Améliorer les opérations d’analyses physico-chimiques

Projet n°	AQUAREF – Thème D						
Contexte du projet	La directive cadre sur l’eau (DCE), ses directives filles et la directive cadre stratégique pour le milieu marin (DCSMM), imposent la surveillance des substances chimiques dans les eaux, le biote et les sédiments. Il existe un besoin de développement de méthodes adaptées et d’amélioration des performances des méthodes existantes pour répondre aux objectifs de surveillance aux niveaux requis par les textes réglementaires européens mais aussi nationaux.						
Objectifs du projet	Étudier et améliorer la faisabilité de la surveillance des substances réglementées dans l’eau, les sédiments ou le biote, aux niveaux requis par les textes réglementaires, à des coûts acceptables en développant, si besoin, de nouvelles méthodes ou en adaptant des méthodes existantes, et diffuser ces méthodes, dont la robustesse a été éprouvée et pour lesquelles la validation a fourni des données de performance.						
Résumé du projet	<p>Cette action permanente vise à mettre à la disposition des opérateurs de la surveillance des éléments techniques opérationnels leur permettant de produire des données fiables de surveillance des masses d’eau ; elle vise dans ce cadre à :</p> <ul style="list-style-type: none"> • élaborer les protocoles manquants et assurer le transfert vers les opérateurs des développements obtenus dans un cadre prospectif (D1), • traduire en recommandations techniques les opérations découlant de l’application de l’assurance qualité, et assurer le transfert effectif des protocoles élaborés ou recommandés par des journées techniques (D2), • évaluer la mise en œuvre des méthodes par des exercices collaboratifs (CIL) et identifier les points de blocage technique via des échanges avec les laboratoires impliqués dans la surveillance régulière (D3). <p>Les points développés dans cette action contribuent notamment à :</p> <ul style="list-style-type: none"> • fournir des éléments techniques opposables indispensables à l’appui technique (thème A) au ministère en vue de soutenir les positions françaises • enrichir les recommandations en termes de prélèvement (thème C) • soutenir la normalisation (thème H) 						
Acteurs	Responsable Aquaref	<table border="1" style="width: 100%;"> <tr><td>BRGM : L. Amalric</td></tr> <tr><td>Ifremer : A. Grouhel-Pellouin</td></tr> <tr><td>INERIS : A. Assoumani</td></tr> <tr><td>INRAE : C. Margoum</td></tr> <tr><td>LNE : S. Lardy-Fontan</td></tr> </table>	BRGM : L. Amalric	Ifremer : A. Grouhel-Pellouin	INERIS : A. Assoumani	INRAE : C. Margoum	LNE : S. Lardy-Fontan
BRGM : L. Amalric							
Ifremer : A. Grouhel-Pellouin							
INERIS : A. Assoumani							
INRAE : C. Margoum							
LNE : S. Lardy-Fontan							
	Autres correspondants Aquaref	<table border="1" style="width: 100%;"> <tr><td>BRGM : A. Togola, S. Bristeau, J-P. Ghestem</td></tr> <tr><td>Ifremer : R. Buchet, C. Munschy</td></tr> <tr><td>INERIS : H. Biaudet</td></tr> <tr><td>INRAE : M. Coquery, C. Miège, M. Masson</td></tr> <tr><td>LNE : B. Lalère, P. Fisicaro, E. Alasonati</td></tr> </table>	BRGM : A. Togola, S. Bristeau, J-P. Ghestem	Ifremer : R. Buchet, C. Munschy	INERIS : H. Biaudet	INRAE : M. Coquery, C. Miège, M. Masson	LNE : B. Lalère, P. Fisicaro, E. Alasonati
BRGM : A. Togola, S. Bristeau, J-P. Ghestem							
Ifremer : R. Buchet, C. Munschy							
INERIS : H. Biaudet							
INRAE : M. Coquery, C. Miège, M. Masson							
LNE : B. Lalère, P. Fisicaro, E. Alasonati							

	Responsable OFB	P-F. Staub	
	Autres correspondants OFB	O. Perceval	
	Autres correspondants		

Projets liés			
Date de rédaction de la fiche	Novembre 2021	Version	V1

Programme détaillé du projet

1. Cadrage

Périmètre et finalité du projet

La directive cadre sur l'eau (DCE), ses directives filles et la directive cadre stratégie pour le milieu marin (DCSMM), imposent la surveillance des substances chimiques dans les eaux, le biote et les sédiments. Il existe un besoin de développement de méthodes adaptées et d'amélioration des performances des méthodes existantes pour répondre aux objectifs de surveillance aux niveaux requis par les textes réglementaires européens mais aussi nationaux. La finalité de l'action est ainsi d'étudier et d'améliorer la faisabilité de la surveillance des substances réglementées dans l'eau, les sédiments ou le biote, aux niveaux requis par les textes réglementaires, à des coûts acceptables en développant, si besoin, de nouvelles méthodes ou en adaptant des méthodes existantes, et diffuser ces méthodes, dont la robustesse a été éprouvée et pour lesquelles la validation a fourni des données de performances.

Cette action permanente vise à mettre à la disposition des opérateurs de la surveillance des éléments techniques opérationnels leur permettant de produire des données fiables de surveillance des masses d'eau ; elle vise dans ce cadre à :

- élaborer les protocoles manquants et assurer le transfert vers les opérateurs des développements obtenus dans un cadre prospectif (D1),
- traduire en recommandations techniques les opérations découlant de l'application de l'assurance qualité, et assurer le transfert effectif des protocoles élaborés ou recommandés par des journées techniques (D2),
- évaluer la mise en œuvre des méthodes par des exercices collaboratifs (CIL) et identifier les points de blocage technique via des échanges avec les laboratoires impliqués dans la surveillance régulière (D3).

D0 – Pilotage du thème

Le pilote de thème s'assure de la coordination de la programmation du thème ce qui inclut le recueil et la compilation des informations reçues par chaque institut, la participation, le cas échéant, aux réunions de programmation et suivi liées à ce thème (CST Aquaref, COPIL OFB, ...). Un suivi des actions et une contribution à la valorisation des actions du thème ainsi qu'à la réflexion sur la structuration du site internet sont effectués.

D1 – Etudes scientifiques et techniques, développement et validation de méthodes pour l'analyse

D1.1 - Développement et validation de méthodes analytiques de substances et paramètres réglementés

Cette action vise à mettre à la disposition des opérateurs de la surveillance des éléments techniques opérationnels leur permettant de produire des données fiables de surveillance des masses d'eau.

Son périmètre est défini par les substances et matrices présentes sur les listes réglementaires ou susceptibles de les intégrer :

- La révision de l'annexe X de la Directive Cadre Eau, effectuée en 2013, a introduit de nouvelles substances dans la liste des substances prioritaires ainsi qu'une surveillance dans la matrice biote pour certaines substances prioritaires hydrophobes. Afin de pouvoir assurer la faisabilité de la surveillance de ces substances réglementées, des développements de méthode pourront être proposés dans ce cadre selon les besoins d'appui.

- Afin d'améliorer les connaissances sur la présence de polluants émergents au niveau Européen, une 1^{ère} liste de vigilance (watch list) a été établie en 2015. Cette liste est amenée à évoluer à un rythme annuel avec l'ajout de nouvelles substances. Une 3^e liste de vigilance a été établie en 2020. L'acquisition de ces connaissances sur ces substances émergentes nécessite des méthodes et moyens adaptés permettant cette investigation (action D1.1b).
- L'arrêté surveillance publié en août 2015 établit la liste des substances pertinentes à surveiller. Une mise à jour de cette liste est prévue pour le prochain cycle de surveillance (2022-2027). Dans le cadre de l'accompagnement de la surveillance sur ces substances, des développements de méthodes seront réalisés pour les substances positionnées en liste B ou présentant des LQ basses, afin de disposer de fiches méthodes à destination des laboratoires prestataires (action D1.1c).
- La note technique du 12 août 2016 a défini la stratégie de recherche de micropolluants dans les eaux brutes et dans les eaux usées traitées de stations de traitement des eaux usées. Des travaux techniques sont inclus dans ce programme en appui à sa mise en œuvre (action D1.1d).

➤ **Développement de méthodes pour les substances d'intérêt communautaire**

D1.1a – Développement et validation de méthodes analytiques – Substances prioritaires DCE

- Analyses EIP : méthode d'analyse sur les Silicon Rubber (SR) (BRGM/INRAE)

Rédaction de la fiche méthode pour l'utilisation des EIP de type silicone rubber (SR) dans les eaux, à l'issue des travaux réalisés dans le cadre du Réseau de surveillance prospective de la qualité chimique des milieux aquatiques (2018-2021)

D1.1b - Développement et validation de méthodes analytiques - Substances Watch List– BRGM, INERIS, LNE – 2022

- Fiches méthode sur les développements pour les substances de la liste de vigilance 3 (Cf contrat RDI RSP Lot G) (BRGM, LNE).

A l'écriture de cette fiche, les développements sont encore en cours.

Le LNE et le BRGM rédigeront le (s) fiche(s) méthode reprenant les principaux éléments de validation de(s) méthode(s) optimisée(s) pour l'analyse des substances reprises dans le tableau suivant :

Il est à noter que Métaflumizone, Amoxiciline, Ciprofloxacine étaient incluses dans la liste de vigilance 2. Le BRGM a d'ores et déjà développé une méthode d'analyse. Le Ministère n'ayant pas confirmé sa volonté de reconduire des campagnes de mesures pour ces 3 substances, ces dernières n'ont pas été considérées dans les développements engagées en 2021 par LNE et BRGM.

Name of substance/group of substances	CAS number	EU number	Maximum acceptable method detection limit (ng/l)
Metaflumizone	139968-49-3	604-167-6	65
Amoxicillin	26787-78-0	248-003-8	78
Ciprofloxacine	85721-33-1	617-751-0	89
Sulfamethoxazole	723-46-6	211-963-3	100
Trimethoprim	738-70-5	212-006-2	100
Venlafaxine	93413-69-5	618-944-2	6
O-desmethylvenlafaxine	93413-62-8	700-516-2	

Clotrimazole	23593-75-1	245-764-8	20
Fluconazole	86386-73-4	627-806-0	250
Imazalil	35554-44-0	252-615-0	800
Ipconazole	125225-28-7	603-038-1	44
Metconazole	125116-23-6	603-031-3	29
Miconazole	22916-47-8	245-324-5	200
Penconazole	66246-88-6	266-275-6	1 700
Prochloraz	67747-09-5	266-994-5	161
Tebuconazole	107534-96-3	403-640-2	240
Tetraconazole	112281-77-3	407-760-6	1 900
Dimoxystrobin	149961-52-4	604-712-8	32
Famoxadone	131807-57-3	603-520-1	8,5

- Fiche méthode multiclasse stéroïdes et composés apparentés (LNE)

Le LNE rédigera en 2022 une fiche méthode pour l'analyse de stéroïdes (estrogènes, androgènes, progestogènes et glucocorticoïdes) et composés apparentés dans l'eau totale (c'est-à-dire prenant en compte les matières en suspension) par dilution isotopique SPE-LC-MS-MS. Ces travaux sont issus de la thèse d'Elodie Mirmont (2021).

Cette méthode complète les fiches MA-64 et MA-68. Cette fiche méthode pourra servir aux futures campagnes de surveillance de la campagne nationale Perturbateurs endocriniens et accompagner la mise en œuvre d'une surveillance réglementaire à la suite de la révision des substances prioritaires de la DCE.

Cette fiche méthode peut être également être une contribution Aquaref à PARC.

➤ **Développement de méthodes d'intérêt national**

D1.1c - Développement et validation de méthodes analytiques - Substances Pertinentes à surveiller (SPAS) et polluants spécifiques de l'état écologique (PSEE)

Il est proposé des développements de méthodes pour des substances pertinentes sur la matrice eau et sur la matrice sédiments. Les composés ou familles de composés ont été ciblés parmi les substances pour lesquelles des difficultés méthodologiques ont été recensées (à partir de l'enquête 2018 auprès des laboratoires, des visites de laboratoires, et du retour d'expérience sur la surveillance des SPAS réalisé dans le cadre du RSP) et parmi celles proposées par le Comité d'Experts Priorisation pour intégrer les listes de surveillance du prochain cycle DCE (2022-2027). Les composés ci-dessous sont proposés.

- Matrice eau – BRGM, LNE, INERIS – 2022-2023

- *Développement de méthode dans les eaux :*

INERIS et LNE

○ Linear alkyl sulfonate (LAS) dans l'eau (2022)

L'étude Emergents Nationaux 2018 (EMNAT 2018) consacrée à l'évaluation de la présence de substances d'intérêt émergent dans les milieux aquatiques français s'est déroulée en 2018. Le livrable de restitution des résultats a été publié en 2021. Les résultats montrent la présence fréquente de surfactants, les linear alkylbenzene sulfonates (LAS) et à des seuils supérieurs aux PNEC. Les LAS ont été proposés par le CEP pour intégrer la liste des SPAS pour le prochain cycle de surveillance DCE (2022-2027), pour les matrices eau et sédiment. Les LAS présentent des problèmes analytiques potentiels importants notamment dans la maîtrise de la contamination lors de leur analyse. L'un des principaux points qui était ressorti de l'étude exploratoire 2012 et notamment de la transition vers la surveillance régulière des SPAS

sélectionnés était de laisser suffisamment de temps aux laboratoires d'AQUAREF et aux laboratoires prestataires pour pouvoir développer des méthodes et des connaissances en vue de fiabiliser l'analyse de ces substances et des données produites. De plus, les laboratoires experts ayant officiés lors de l'étude EMNAT 2018 ont mis en place des protocoles spécifiques qui peuvent potentiellement être difficiles de reproduire dans un contexte de surveillance de routine. Enfin, les limites de quantification et incertitudes déclarées par ces laboratoires n'ont pas été obtenues en appliquant les protocoles requis aux laboratoires prestataires pour la validation de méthodes. Ainsi, afin d'être prêt à apporter un support et des recommandations lors de leur probable inclusion comme SPAS et également de pouvoir évaluer correctement un niveau de quantification exigible pour la surveillance régulière, des travaux se sont consacrés en 2021 à la partie développement de méthode d'analyse dans l'eau brute, sur la base de la méthode mise en œuvre sur l'eau filtrée lors de la campagne EMNAT 2018. Les travaux 2022 viseront la validation de la méthode développée. Un protocole de validation de méthode selon NF T90 210 et calcul des incertitudes selon NF ISO 11352 sera effectué.

- Matrice sédiment

INRAE

- Recommandations techniques pour la mesure de la distribution granulométrique des sédiments

La mesure de la distribution granulométrique est un paramètre essentiel à la caractérisation des sédiments et des matières en suspension. C'est un des paramètres à suivre dans les Guides Techniques Aquaref pour les opérations d'échantillonnage et d'analyse des sédiments. Ce paramètre permet, entre autres, la comparaison spatiale et temporelle des concentrations en contaminants (principalement les métaux) dans la phase particulaire. Il existe de nombreuses méthodes d'analyse, notamment manuelle ou mécanique. La méthode par diffraction laser (code Sandre 565) est de plus en plus utilisée car c'est une analyse rapide et d'apparente facilité de mise en place.

Les recommandations techniques pour les analyses granulométriques font très souvent référence à la norme ISO 13320. Si cette norme décrit en détail le principe de la diffraction laser et le fonctionnement des granulomètres lasers, les recommandations au niveau de la procédure opérationnelle sont plus sujettes à l'expertise de l'analyste. En effet, les différentes étapes de l'analyse (préparation de l'échantillon, dispersion, application des modèles optiques) sont passées en revue avec des indications sur certains paramètres influençant la mesure (possibilité d'utilisation des ultrasons, importance du choix du modèle optique Mie ou Fraunhofer), mais aucune procédure précise n'est finalement donnée. Concernant la durée de conservation, les recommandations peuvent fortement varier : de 1 mois (à 1-5°C) pour des sédiments (norme NF EN ISO 5667-15, 2009) à 6 mois (à 4°C) pour des sols (Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 2010). Enfin, les résultats granulométriques sont souvent bancarisés sous la forme de fraction de particules de l'échantillon correspondant à une classe de taille donnée (par ex. <20 µm : code Sandre 6228). Les distributions granulométriques, plus riches en information, sont plus compliquées à bancariser car les classes de taille de particules diffèrent d'un instrument à l'autre (en nombre de classes et en valeurs).

Dans ce contexte, il apparaît nécessaire de :

- i) définir une procédure détaillée pour l'analyse granulométrique par diffraction laser, y compris pour les conditions et la durée de conservation des échantillons, afin de s'assurer au mieux de la cohérence des résultats produits dans des laboratoires différents ;
- ii) d'explorer des pistes nouvelles de traitement des données granulométriques pour une bancarisation homogène des données sans perte de l'information globale (distribution granulométrique).

Pour cela, une étude en laboratoire sur des échantillons réels a été conduite en 2020-2021 afin de montrer l'influence d'étapes clés ou de paramètres opérationnels dans les distributions

granulométriques mesurées. Un rapport sur des recommandations techniques pour la mesure de la distribution granulométrique de sédiments et de matières en suspension de cours d'eau a été finalisé en 2021.

En 2022-2023, nous explorerons le potentiel de la méthode de décomposition des distributions granulométriques (Launay, 2014 ; Masson et al., 2018) qui permet de modéliser les distributions granulométriques multimodales par une série d'une dizaine de paramètres maximum, facilement bancarisables et indépendants du type de granulomètre laser. Cette méthodologie sera testée et validée au travers de simulations numériques et d'expérimentations en laboratoire avec des contrôles qualité.

D1.1d – Evaluation de méthodes d'analyse dans les eaux résiduaires

A la suite de la parution de la note du 12 août 2016 sur la recherche de micropolluants dans les eaux de STEU, de nombreuses difficultés méthodologiques ont été remontées par les laboratoires prestataires pour le développement et la validation des méthodes de certaines substances recherchées dans cet exercice. Les problématiques concernaient notamment de nombreuses substances organiques dans les eaux d'entrée et les matières en suspension. Cette action vise donc à effectuer des travaux techniques permettant d'apporter des éléments de réponse face aux difficultés constatées et de fournir des recommandations techniques à la surveillance des eaux résiduaires.

Une enquête menée par l'INERIS fin 2017 a permis de recenser plus précisément et sur une échelle plus large les difficultés auxquelles les laboratoires prestataires étaient confrontés et notamment d'identifier les substances les plus problématiques (les composés polaires : AMPA, glyphosate, nicosulfuron, aminotriazole, iprodione... ; et les composés nécessitant des étapes de dérivation tels que les alkylphénols (travaux réalisés en 2018) et les organoétains).

- Développement de méthode sur substances problématiques dans les eaux résiduaires : Perfluorés – INERIS – 2022

Les retours obtenus de la part des laboratoires en charge des analyses du RSDE STEU ont mis en évidence des problèmes à analyser une dizaine de substances ou famille de substances, particulièrement dans les eaux d'entrée. Parmi ces substances problématiques, des travaux ont été ainsi consacrés en 2018 aux nonylphénols, en 2019 aux organoétains et en 2020-2021 aux polybromodiphényléthers (PBDE).

Pour 2022, il est proposé de travailler sur la problématique liée aux composés perfluorés. Le sulfonate de perfluorooctane (PFOS) est exigé pour la surveillance dans le cadre du RSDE STEU avec une LQ de 0,05 µg/L en sortie de station et 0,1 µg/L en entrée. Quatre autres perfluorés sont surveillés dans les eaux de surfaces en tant que SPAS. Une fiche méthode Aquaref (MA-74) a été publiée en 2018 sur l'analyse de 7 perfluorés, dont les 5 composés réglementaires.

Les travaux consisteront ainsi à adapter la méthode Aquaref, en mettant en place des systèmes de purification adaptés ou en modifiant les paramètres d'analyse, pour les rendre compatibles avec des matrices représentatives des eaux résiduaires ICPE ou d'entrée de STEU.

D1.2 - Etudes scientifiques et techniques pour l'analyse

Les réflexions sur la fraction pertinente pour la surveillance des eaux superficielles est mise en stand-by.

D2 – Transfert opérationnel : recommandations techniques et accompagnement de leur mise en œuvre

Au travers de l'action D2 :

- Les connaissances acquises lors des travaux de l'action D1 sont synthétisées sous forme de

recommandations utilisables par les opérateurs et par les donneurs d'ordres pour border les conditions d'exercice de la surveillance par les prestataires répondant aux appels d'offres des AE ou DREAL.

- Les recommandations formulées sont complétées par l'organisation de journées techniques focalisées sur un ou deux sujets, s'adressant en particulier aux opérateurs et aux gestionnaires.

D2a – Guides de recommandations techniques

Les experts Aquaref procèdent régulièrement à la revue des derniers travaux techniques d'AQUAREF publiés susceptibles d'abonder les guides techniques et les insèrent dans les différents guides.

- Guide technique analyse « analyse des milieux, eaux et sédiments » (INERIS/LNE/BRGM/INRAE)
Révision du guide pour 2022. Mise à jour du guide notamment au regard des travaux Aquaref effectués depuis la dernière révision en 2018. Inclusion également de recommandations sur la prise d'essai.
- Guide technique analyse « analyse du biote continental » (INERIS/LNE/INRAE) Révision du guide pour 2023.
- Guide technique EIP - Analyse (LNE/BRGM/INRAE)
La rédaction du guide EIP a été menée dans le cadre du thème F/G. Cependant, dans l'optique du passage en surveillance régulière des EIP et donc au sein d'AQUAREF, du transfert de cette thématique vers le thème D, une révision est prévue pour 2023.

D2b – Journées techniques

Pas de JT programmée.

D3 – Evaluation de la mise en œuvre, retours d'expérience terrain

Au travers de cette action, les améliorations des conditions d'analyses des substances qui font l'objet de la surveillance des milieux sont disséminées vers les utilisateurs potentiels. Cette action permet également de lier les documents techniques Aquaref avec leurs conditions d'utilisation. Elle contribue à élaborer les outils nécessaires au suivi des performances des laboratoires prestataires tels que les EILs ainsi qu'à accompagner l'appropriation des outils d'analyses acquis par Aquaref. Elle consiste également à échanger sur des points techniques avec les laboratoires prestataires impliqués dans les programmes de surveillance DCE.

D3.1 – Comparaisons interlaboratoires

Aucune action n'est prévue pour 2022-2023.

D3.2 - Retour d'expérience terrain

D3.2a Echanges techniques avec laboratoires européens impliqués dans les programmes de surveillance règlementaire – BRGM, INERIS, LNE, - 2022-2023

Les fondements de la DCE reposent sur une surveillance harmonisée des milieux aquatiques à l'échelle européenne. La directive QA/QC a pour objectifs de consolider et garantir la comparabilité et la fiabilité de cette surveillance. La réunion qui s'est déroulée dans le cadre de la liste de vigilance au JRC à Ispra (Italie) en mars 2018 a permis de mettre en avant/ confirmer les nombreuses méthodologies/pratiques mises en œuvre par les laboratoires à l'échelle européenne. Cette réunion a également permis de confirmer le rôle très singulier

d'AQUAREF au niveau Européen mais également les besoins et l'importance de créer un réseau de laboratoires experts à l'échelle européenne dans l'objectif de renforcer l'expertise commune et la mutualisation des efforts. Cette action prévoit ainsi de renforcer les liens avec les laboratoires/ organismes européens homologues d'AQUAREF ou tenant le même rôle par des échanges sur des points techniques dans le cadre de la surveillance des substances prioritaires et émergentes sur les diverses matrices de surveillance (biote, eau, sédiment...). Cette action permettra de renforcer la visibilité d'Aquaref au niveau Européen et de promouvoir les travaux français auprès des autres EM. Le programme d'activités de cette action pourra notamment porter sur : l'organisation/la participation à des réunions/workshops avec ces laboratoires, des visites de laboratoire, l'organisation/réflexions sur des moyens de collaborations futures.

En 2022, cette action, débutée en 2019, permettra de consolider les liens avec les laboratoires européens soit via des réunions au JRC dans le cadre de la liste de vigilance, soit avec des visites de laboratoires européens. Ces visites aboutiront à une note de synthèses sur les problématiques communes (les points durs, les réussites) vis-à-vis de la surveillance DCE.

Communication

Les travaux issus du thème D1 feront l'objet de fiches méthodes ou de rapports qui seront diffusés via le site Aquaref. Ces documents librement consultables sont à destination des laboratoires prestataires.

Les journées techniques constituent en elles-mêmes une action de communication des travaux Aquaref. Les visites de laboratoires, perçues non comme des « audits supplémentaires », mais comme une occasion de démonstration d'expertise et de remontée d'information, permettent de délivrer une information didactique sur la finalité des travaux d'Aquaref et leur articulation avec les exigences réglementaires.

Les utilisateurs finaux des documents produits sont informés des travaux dans le cadre de leur participation volontaire aux journées techniques, aux réunions de normalisation, et par leur diffusion via le site Aquaref. Des séminaires périodiques organisés dans le cadre général d'Aquaref permettent de renforcer cette diffusion et de recueillir le sentiment des utilisateurs potentiels.

Valorisation et transfert

Le programme de travail Aquaref est communiqué sur le site.

Les travaux développés en D1 sont intégrés dans des guides techniques (D2) et font l'objet de journées techniques (D3) et de communications lors de séminaires organisés par Aquaref ou par d'autres acteurs institutionnels ou corporatifs de la surveillance des milieux. Les connaissances acquises sur la conservation de l'échantillon au cours de l'étude de cette étape dans le développement d'une méthode seront transférées vers le thème C pour enrichir les recommandations en termes de pratiques de prélèvement.

Les résultats constituant l'amélioration d'une méthode officielle, ou la production d'un référentiel incontournable pour la production de données (dosage de familles, de mélanges industriels, par exemple) seront portés en normalisation (Thème H).

Toutes les études entreprises dans ce thème contribuent à développer l'expertise d'Aquaref et alimenteront les recommandations qui seront faites dans le cadre de l'appui aux prescripteurs et donneurs d'ordres (guides techniques D2, thème A).

Les aboutissants de ces guides techniques ont vocation à être valorisés dans le cadre d'un processus assurant leur reconnaissance nationale.

Les remontées d'informations collectées dans le cadre des journées techniques permettent de réajuster les activités de développement, en particulier leur priorisation et leur formalisme. La sous-action D3 permet également de préparer formellement le transfert à la normalisation de protocoles techniques stabilisés.

Par ailleurs, dans le cadre de l'implication d'Aquaref au projet européen PARC et plus

particulièrement la contribution au Work Package sur la coordination du réseau de laboratoires au sein du projet, il est prévu de valoriser les travaux d'Aquaref.

2. Travaux antérieurs

Concernant les développements de méthode (D1), une grande partie des travaux Aquaref lors des premiers cycles a été consacrée à appuyer la mise en place de la DCE par l'obtention de méthodes permettant de répondre aux critères de performances exigés. Ainsi, les travaux du dernier cycle 2016-2018 ont principalement été focalisés sur les substances prioritaires notamment sur la matrice biote introduite lors de la révision de la DCE de 2013.

Suite à l'étude exploratoire 2012 et à l'intégration des substances pertinentes dans la surveillance régulière via l'arrêté du 7 août 2015, de nombreux travaux du cycle 2016-2018 ont été consacrés à l'appui de ces substances pour leur mesure en surveillance régulière (pesticides, parabènes, pyrèthrinoides, substances spécifiques aux eaux souterraines, ...).

Les travaux sur la liste initiale de la liste de vigilance, débutés en 2015 se sont poursuivis lors du cycle 2016-2018 notamment sur la 2ème liste de vigilance.

De nombreux travaux du thème D1 ont également été consacrés à développer, et valider de nouvelles techniques de laboratoires afin de proposer des méthodes présentant de meilleures performances (techniques et environnementales en limitant par exemple l'utilisation de solvants). Ces travaux englobent, entre autres, les techniques, Quechers, SBSE, SPE en ligne, SPE en disque.

Pour D2, le guide technique « analyse des eaux milieu » élaboré lors des premiers cycles a été publié pour la première fois en 2016 puis mis à jour en 2018. Le guide biote entièrement élaboré lors du cycle 2016-2018 a été publié début 2018. Le guide milieu marin a été écrit en 2017/2018. Des travaux ont également été consacrés au guide « analyse des eaux résiduaires » ainsi qu'à l'émission de ligne directrices concernant les études de stabilité.

Dans le cadre de D3, des journées techniques ont été organisées depuis 2011 d'abord principalement sur les substances prioritaires (organoétains, phtalates, chloroalcanes à chaînes courtes, perfluorés, polybromodiphényléthers, alkylphénols) puis sur les substances pertinentes (parabènes, pharmaceutiques et hormones) ou sur des techniques analytiques (extractions, analyse non-ciblée). Ces journées ont permis de rassembler chaque année des utilisateurs directs des méthodes d'analyses développées, venus également affermir leur interprétation du contexte réglementaire associé (alkylphénols, par exemple). Une journée technique sur le "calcul d'incertitude" basée sur l'utilisation du logiciel Mukit a été présentée en 2014.

Des comparaisons interlaboratoires analytiques consacrées aux médicaments, pesticides, aux paramètres mesurés dans les eaux marines (« nutriments et chlorophylle en eaux littorales ») ou spécifiques aux DOM (chlordécone), aux alkylphénols ont été mises en œuvre lors des différents cycles.

Des travaux sur les sédiments avec la détermination des limites de quantification sur cette matrice ont été réalisés.

Des visites de laboratoires prestataires mettant en œuvre des analyses de surveillance régulière ont été effectuées afin d'obtenir un ressenti des difficultés et des points de blocage opérationnel.

3. Jalons, étapes, résultats prévus et calendrier

Jalons (J), Résultats (R) et Indicateurs (I)			Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
D1 – Etudes scientifiques et techniques, développement et validation de méthodes pour l'analyse				
D1.1	R	Fiches analyses EIP sur les silicones utilisés dans le cadre du RSP	BRGM	M+12
	R	Fiches méthode sur les développements pour les substances de la liste de vigilance 3	BRGM	M+12
	R	Fiche méthode multiclasse sur œstrogènes	LNE	M+12
	R	Fiche méthode d'analyse dans les eaux : LAS	INERIS	M+12
	R	Rapport - Décomposition des distributions granulométriques issues des analyses par diffraction laser à des fins de bancarisation des données.	INRAE	M+20
	R	Rapport - Substances problématiques dans les eaux de rejets : Perfluorés	INERIS	M+12
D2 – Transfert opérationnel : recommandations techniques et accompagnement de leur mise en œuvre				
	R	Révision du guide technique analyse « analyse des milieux, eaux et sédiments »	INERIS	M+12
	R	Révision du guide technique analyse « analyse du biote continental »	INERIS	M+20
	R	Révision du guide technique EIP - Analyse	LNE	M+20
D3 – Mise en œuvre et évaluation				
	J	Compte-rendu d'activité des échanges techniques - Echanges techniques avec laboratoires européens impliqués dans les programmes de surveillance réglementaire	BRGM/INERIS/LNE	M+12 – M+20

Indicateurs permettant d'estimer l'atteinte des objectifs du projet

Indicateur	Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
Rapport d'activité intermédiaire	INERIS	M+12
Rapport d'activité final	INERIS	M+22

THÈME E

Garantir la qualité des données bancarisées

AQUAREF – Thème E – Garantir la qualité des données bancarisées

Projet n° Contexte du projet	AQUAREF – Thème E L'amélioration continue de la qualité des données de la surveillance, incluant l'appui au SIE est la première des missions historiques d'Aquaref. Pour y parvenir, les soutiens techniques proposés, organisés autour de 2 actions principales sont adaptés au rôle joué par chaque acteur (donneurs d'ordre et laboratoires prestataires) dans la production et l'exploitation des données, et viennent compléter ou renforcer les pratiques en cours. Ce thème a des interactions avec l'ensemble des autres thèmes. Les données ainsi obtenues, seront plus fiables et mieux documentées, permettant ainsi leur comparaison spatio-temporelle après leur bancarisation, et facilitant d'autant leur exploitation dans le cadre d'expertises diverses et variées. Ce projet ambitionne de fournir des éléments validés par Aquaref, utiles à la chaîne des acteurs de la surveillance.
Résumé du projet	<u>E0 - Pilotage du thème (LNE)</u> <ul style="list-style-type: none">• Animation de la programmation, du suivi de l'avancement et de la finalisation des livrables• Valorisation des travaux du thème• Animation des interactions avec les autres thèmes notamment thème D, C, A et B. <u>E1 - Outils pour assurer la qualité des mesures</u> <ul style="list-style-type: none">• E1a - Soutien aux OCILs pour l'organisation de Cils sur le biote (LNE, INRAE, INERIS)• E1b - Etude sur les étalons analytiques utilisés pour des analyses de surveillance - Cas des pharmaceutiques, pesticides, hormones (INRAE)• E1c - Mise à jour de l'inventaire des CIL disponibles - CIL (LNE, BRGM)• E1d1 - Mise à jour de l'inventaire des MRC disponibles - (LNE)• E1d2 - Vérification des étalons LAS : bilan, synthèse et recommandations sur les étalons LAS- (INERIS, LNE)• E1e – Organisation de Comparaison interlaboratoires pour des substances à enjeux de la surveillance (INERIS, LNE, BRGM,)• E1f - Journée thématique sur les alkylphénols (INERIS, LNE,) <u>E2 - Bancarisation des données</u> <ul style="list-style-type: none">• E2.1a - Appui technique SANDRE – chimie – Appui à la mise à jour des référentiels SANDRE dont référentiels méthodes et paramètres. (BRGM, LNE)• E2.1c - Propositions pour la bancarisation SANDRE des données/métadonnées issues des approches EIP (BRGM, LNE)• E2.1d - Forge Taxinomie et Bioindication, appui au SEEE (macrophytes CE et

Acteurs	PE, diatomées) (INRAE) <ul style="list-style-type: none"> • E2.1e - Elaboration du référentiel Diatomées pour les DOM, appui au SEEE (INRAE) • E2.1e - Etude sur les incertitudes des laboratoires et les niveaux d'incertitudes à recommander pour la surveillance (métaux dans les eaux) (BRGM, LNE) 	
	E2.2.c Levée de doute : appui à l'OE REU sur les données de surveillance de la deséthylterbutylazine (BRGM , LNE)	
	Responsable Aquaref	BRGM: J-P. Ghestem
		INERIS : A. Assoumani, B. Lepot
		Irstea : C. Chauvin, M. Coquery
		LNE : B. Lalère (pilote de thème)
		IFREMER : D. Soudant
Autres correspondants Aquaref	BRGM : A. Berrehouc, P. Moreau, S. Bristeau, A. Togola	
	INERIS : N. Marescaux	
	INRAE : F. Delmas, C. Margoum	
	LNE : S. Lardy-Fontan, C. Fallot, N. Guigues, P. Fiscaro, E. Alasonati, V. Le Diouron, S. Raveau	
	IFREMER :	
Responsable OFB	N. Gaury	
Autres correspondants OFB	E. Bréjoux, O. Perceval, P-F. Staub	
Autres correspondants	DREAL	

Projets liés			
Date de rédaction de la fiche	Novembre 2021	Version	V1

Programme détaillé du projet

1. Cadrage

Périmètre et finalité du projet

L'amélioration continue de la qualité des données de la surveillance, incluant l'appui au SIE est la première des missions historiques d'Aquaref.

Cette action permanente vise à fournir les soutiens techniques pour y parvenir.

Elle est organisée autour de 2 actions principales adaptées au rôle joué par chaque acteur (donneurs d'ordre et laboratoires prestataires) dans la production et l'exploitation des données qui viennent compléter ou renforcer les pratiques en cours.

Ce thème a des interactions avec l'ensemble des thèmes.

Les données ainsi obtenues, seront plus fiables et mieux documentées, permettant ainsi leur comparaison spatio-temporelle après leur bancarisation, et facilitant d'autant leur exploitation dans le cadre d'expertises diverses et variées.

E0 – Pilotage du thème

L'action consiste en la programmation, le suivi et la valorisation des actions du thème :

- Organisation d'une réunion de début d'année pour faire le bilan des actions et des résultats 2021-2022, organiser la réalisation des actions 2022-2023 et échanger sur les actions à proposer pour la programmation du cycle et/ou de l'année suivante
- Animation et préparation de la programmation du cycle et/ou de l'année suivante, préparation des éléments pour le pré-cadrage, rédaction de la fiche de programmation
- Participation aux réunions du CST Aquaref intégrant les animateurs de thèmes
- Coordination de la rédaction du rapport d'avancement
- Renforcement des échanges et des interactions entre les acteurs du thème E, mais aussi avec les acteurs des autres thèmes notamment thèmes D, C, A et B, ainsi qu'avec les acteurs extérieurs d'Aquaref
- Permettre une meilleure efficacité de l'action Aquaref : transfert, valorisation des travaux...

E1 – Outils pour assurer la qualité des mesures

E1a – Soutien aux Organismes de Comparaisons Inter Laboratoires (OCILs) pour l'organisation de Comparaisons Inter Laboratoires (CILs) sur le biote (LNE, INRAE, INERIS)

Lors des précédents exercices, le LNE et INRAE, ont développé un MRC dont la capacité de répondre à des Essais Inter Laboratoires a été évaluée au cours d'un essai interlaboratoires pour le mercure (Hg) et les contaminants organiques (benzo[a]pyrène, fluoranthène ; PBDE 28, 47, 99, 100, 153 et 154).

S'il existe des essais d'aptitude sur des matériaux biologiques de type poisson, ceux-ci ont été généralement réalisés sur des matériaux présentant des concentrations plus élevées que celles requises par la surveillance environnementale. Un OCIL français a organisé en 2021 le premier essai d'aptitude sur le biote avec une sollicitation d'appui d'Aquaref.

En 2022 et 2023, Aquaref, à travers son expérience sur les gammars, se propose de soutenir les OCILs pour le développement et la réalisation de CILs sur le biote. Cet accompagnement pourra être de deux formes :

- L'aide à l'organisation technique au besoin en accompagnant le transfert de certaines approches développées par le consortium dans des travaux antérieurs.
- L'assignation de valeur de référence à un essai d'aptitude pour un socle de paramètres d'intérêt.

- La participation à un essai d'aptitude pour permettre de disposer d'un socle suffisant de participants pour déterminer les scores de performances.

Résultat 2023 : Note d'appui techniques aux OCILs.

E1b - Etude sur les étalons analytiques utilisés pour des analyses de surveillance – Cas des pharmaceutiques, pesticides, hormones (INRAE, LNE)

En s'appuyant sur les résultats de l'étude menée en 2021 sur la stabilité des antibiotiques, une étude de stabilité sur une liste élargie de contaminants organiques de différentes familles (pesticides, pharmaceutiques, hormones) sera menée dans les conditions (type de flacons, solvants) identifiées comme préférables.

En 2022, rédaction du cahier des charges de l'étude et démarrage des tests de stabilité. En 2023 : réalisation des essais de stabilité, analyses et début d'interprétation des données et rédaction d'un rapport final sur les conditions optimales de stabilité des étalons analytiques d'une large gamme de contaminants organiques.

Résultats :

(M12) : rapport d'étape « cahier des charges » de l'étude.

(M20) : rapport d'étape inclus dans le rapport d'activité

Le rapport final de l'étude est attendu fin 2023, dans le cadre d'une autre coopération

E1c - Mise à jour de l'inventaire des CIL disponibles - (LNE, BRGM)

Pour 2022 et 2023, le maintien de la base de données (fichier excel) des CIL disponibles sera réalisé avec une mise à jour annuelle (en appui à l'instruction des demandes d'agrément). Il est prévu de travailler conjointement avec l'ANSES.

Résultats : inventaire mis à jour (M12). La diffusion de la prochaine mise à jour interviendra dans le cadre de la coopération suivante.

Cette action pourra alimenter les travaux PARC

E1d1 - Mise à jour de l'inventaire des MRC disponibles - (LNE)

Maintien de la base de données (fichier excel) des MRC disponibles avec une prévision mise à jour annuelle (en appui à l'instruction des demandes d'agrément).

L'inclusion des MRC pour les matrices boues est envisagée

Résultat : Compte-rendu d'activité inclus dans le rapport d'activité final (M22)

Cette action pourra alimenter les travaux PARC

E1d2 - Vérification des étalons LAS : bilan, synthèse et recommandations sur les étalons LAS (INERIS, LNE)

Les LAS (Linear alkylbenzene sulfonates) sont des surfactants qui comptent parmi les substances ciblées dans la campagne prospective EMNAT 2018. Les 5 congénères (LAS C10 à C14) ont été proposés par le CEP pour intégrer la liste des SPAS pour le prochain cycle de surveillance DCE (2022-2027). En 2021, lors de la conduite des travaux de développement d'une méthode d'analyse des LAS dans les eaux de surface, des difficultés ont été rencontrées pour l'obtention des étalons. De nombreux types d'alkyl benzènes sulfonates sont disponibles commercialement (par exemple, ramifiés et linéaires), très souvent sous forme de mélanges de congénères. Afin d'anticiper et de faciliter la mise en œuvre d'une possible surveillance réglementaire des LAS lors du prochain cycle DCE, il est crucial d'identifier clairement les

étalons adaptés à leur quantification dans les eaux de surface, et de fournir ces informations aux laboratoires prestataires. Il est prévu en 2022, de se procurer des étalons de LAS auprès de plusieurs fournisseurs, de les caractériser et de déterminer les quantités relatives de chaque congénère dans les mélanges, à des fins de quantification. Un bilan des travaux sur les étalons LAS sera dressé sous forme de synthèse et des recommandations seront émises.

Résultat : Note de synthèse (M12)

E1e – Organisation de Comparaison interlaboratoires pour des substances à enjeux de la surveillance (INERIS, LNE, BRGM)

Des travaux dans le cadre d'Aquaref ont été initiés sur la famille des perfluorés en vue de fiabiliser la qualité des données produites. Une fiche méthode Aquaref MA-74 « Composés Perfluorés PFCs - Méthode d'analyse dans l'eau brute » été mise à la disposition des laboratoires d'analyses en 2019 et des journées techniques ont été organisées pour sensibiliser, partager avec les laboratoires les problèmes de contamination observés sur cette famille et les moyens proposés pour les limiter.

Afin de vérifier l'appropriation des travaux et des recommandations techniques faites par Aquaref, il est proposé pour 2022 d'organiser une comparaison interlaboratoire analytique sur la famille des CIL analytique Perfluorés dont le but sera de connaître les pratiques mises en œuvre au sein des laboratoires prestataires français. Les matrices visées lors de cette comparaison seraient les eaux naturelles mais également les eaux résiduaires, vu que certains perfluorés sont également recherchés dans le cadre de l'action RSDE.

La valeur ajoutée de cette CIL par rapport aux OCILs français (BIPEA et AGLAE) sera de fournir des matériaux d'assurance qualité afin d'évaluer toutes les étapes de la chaîne analytique (à savoir, fourniture d'un blanc afin de vérifier l'absence de contamination dans le processus d'analyse, fourniture d'une solution étalon afin d'évaluer l'étape finale de la chaîne de mesure (détection), fourniture d'un extrait et de plusieurs matrices eaux ayant des teneurs en MES variées). Il sera également joint un questionnaire qui reprendra toutes les métadonnées associées en lien avec les travaux d'Aquaref. Les niveaux de concentration visés seront ceux généralement quantifiés dans les milieux et eaux résiduaires avec possibilité d'être proche des LQ imposées réglementairement.

Cette CIL Perfluorés sera conduite sur 2022, 2023 et 2024.

- 2022 : L'année 2022 sera consacrée au montage de la CIL Perfluorés, aux essais de faisabilité sur les différentes matrices eaux proposées et à l'élaboration du questionnaire de métadonnées.
- 2023 : L'année 2023 sera consacrée à l'envoi des matériaux d'essais et à l'exploitation des résultats et des métadonnées de la CIL Perfluorés.
- 2024 : L'action pourra se poursuivre en 2024 dans une nouvelle convention de coopération pour la finalisation du rapport de la CIL perfluorés

Résultats :

2022 : Plan de conception de la CIL Perfluorés (M12)

Le Rapport final de la CIL Perfluorés sera diffusé en 2024, dans le cadre d'une autre coopération.

E1f - Journée thématique sur les alkylphénols (INERIS, LNE)

Depuis la mise en place de la surveillance DCE aussi bien que RSDE, la mesure des alkylphénols est une problématique qui perdure et ce malgré les nombreuses actions entreprises dans la programmation Aquaref. Même si les choses se sont améliorées, des verrous demeurent.

Cette action propose de réunir l'ensemble des acteurs : laboratoires, OCIL, AE/OE, dans une journée pour identifier les verrous qui restent à lever. Cette journée sera organisée autour de la restitution de la CIL Aquaref organisée en 2018 et sera suivie d'une table ronde.

Résultat 2022 : Note sur les échanges techniques de la journée thématique + supports de présentation

E2 – Données et bancarisation

E2.1 Méthodes pour la bancarisation

E2.1a - Appui technique SANDRE – chimie - Appui à la mise à jour des référentiels SANDRE dont référentiels méthodes et paramètres (BRGM, LNE)

Aquaref poursuivra son appui régulier à la gestion des référentiels SANDRE, incluant les référentiels méthodes, paramètres, fraction, unités, ...

Le travail d'expertise engagé de 2017 à 2021 sur la mise à jour du référentiel méthodes se poursuivra en 2022 et 2023 : mise à jour des différentes nomenclatures en fonction des besoins, démarrage du « nettoyage » de la base pour les méthodes du domaine de la chimie de l'eau, appui technique au SANDRE pour la codification de nouvelles méthodes etc.

De façon plus détaillée :

Missions continues : (missions qui nécessitent une sollicitation des experts tout au long de l'année et d'une année sur l'autre)

- Appui aux demandes de codifications sur les référentiels : support, fraction, paramètre, groupe de paramètre, méthode, unité
- Participation au groupe Aquaref _ SANDRE (2 à 3 réunions dans l'année)
- Classification des paramètres nouvellement codés (dans l'année) dans les groupes de paramètres d'usages.

Missions spécifiques : (missions identifiées par le SANDRE et pour lesquelles l'appui d'Aquaref est nécessaire)

- Identification des méthodes organiques à geler suite aux travaux de 2020-2021 sur la création de méthodes génériques organiques.
- Création des méthodes génériques inorganiques et identification des méthodes inorganiques
- Appui à la création des groupes de paramètres réglementaires
- Appui à la mise en place de code alternatif européen pour le référentiel paramètre (code EEA) afin d'avoir une trace de la conversion Sandre / Wise pour le rapportage et une aide pour le rapportage.
- Analyse des demandes de création sur les Bio-essais (demandes Aquasys)

Résultat : pas de résultat spécifique, CR des activités inclus dans le rapport d'activité

E2.1b – Propositions pour la bancarisation SANDRE des données/métadonnées issues des approches EIP (BRGM, LNE)

Dans le cadre du RSP, Aquaref a engagé des travaux avec le SANDRE pour mettre en place un cadre permettant de disposer de formats d'échanges pour les données obtenues par de nouvelles approches de surveillance : Echantillonneurs intégratifs passifs, données NTS et ecotoxicologiques.

Il est nécessaire de poursuivre ces travaux ou de les réviser au regard de nouveaux besoins exprimés ou sur la base de retour d'expérience.

En 2022-2023 : Aquaref se propose de travailler conjointement avec le SANDRE, QUADRIGE et

les AE/ADD pour mettre en place le système d'échanges des données EIP en ng/L (les travaux sur RSP s'étant arrêtés au ng/g)

Résultat : pas de livrable spécifique CR des activités inclus dans le rapport d'activité
Cette action pourra alimenter les travaux PARC

E2.1c1 - Forge Taxinomie et Bioindication, appui au SEEE (macrophytes CE et PE, diatomées) (INRAE)

Depuis 2017, la maintenance des référentiels taxinomiques et des tables de transcodage, indispensables au fonctionnement et à la stabilité des indicateurs calculés par le SEEE, sont assurés pour plusieurs méthodes par des groupes d'experts sur une forge "taxinomie et bioindication", gérée par l'OFB. Après avoir fourni les référentiels initiaux liés aux méthodes développées, les experts d'INRAE participent à la gestion et à la mise à jour des référentiels pour les projets « Macrophytes » cours d'eau (IBMR) et plans d'eau (IBML). De même, ils participent activement aux travaux pour le thème Diatomées. Cette participation sera assurée au titre d'expert « méthode » dans ce groupe. Il faut noter que le travail de veille taxinomique assuré par Michel Coste (ex Irstea Bordeaux), qui alimentait les référentiels en mises à jour, ne pourra plus être assuré par INRAE après l'arrêt de ses activités.

Pour ce qui concerne le phytoplancton, la méthode « lacs » n'est pas encore traitée par un groupe d'expert dans le cadre de la forge. Les référentiels sont alimentés et mis à jour par INRAE directement avec le SANDRE, en cohérence avec l'évolution du logiciel Phytobs.

Résultat : pas de résultat spécifique CR des activités inclus dans le rapport d'activité

E2.1d - Elaboration du référentiel Diatomées pour les DOM, appui au SEEE (INRAE)

Depuis début 2016, en l'application de l'Arrêté Evaluation du 27 Juillet 2016, plusieurs nouveaux systèmes d'évaluation diatomiques de cours d'eau des DOM ont été officialisés :

- Un système basé sur l'IDR (Indice Diatomique Réunion) pour la Réunion,
- Un système basé sur l'IDA (Indice Diatomique Antilles) pour la Guadeloupe et la Martinique,
- Un système d'évaluation des cours d'eau de Guyane utilisant une version de l'IPS (indice diatomique généraliste mondial, modérément adaptée "Guyane"), système à vocation provisoire qui sera remplacé sous 1 à 2 ans par un nouveau système d'évaluation basé sur l'IDGF (Indice Diatomique de Guyane Française).

Depuis le début de l'actuel cycle DCE 2016-2021, ces indices sont utilisés en routine. Cependant, dans l'urgence de la mise en place de nouveaux outils de surveillance et d'évaluation des hydrosystèmes des DOM, requise par la DCE aussitôt que possible, il n'est pas intervenu de réflexion globale préalable associant tous les interlocuteurs impliqués dans des aspects d'application du SNDE et/ou des nouvelles méthodes, visant à rationaliser les pratiques et régler les problèmes dans une cohérence globale de dispositif inter-DOM.

Ainsi, certains problèmes rencontrés étaient à l'époque jugés inappropriés voire insolubles dans le cadre des règles habituelles en usage au SANDRE, par exemple : 1) application d'un même code SANDRE pour un taxon donné, qui peut ne pas avoir du tout la même écologie, la même valence indicielle voire peut-être le même pool génétique en territoire métropolitain ou tropical ; 2) application d'un même code-métier pour des taxons auparavant inconnus qui, dans le cadre d'une logique interne à chaque programme, ont été numérotés de la même façon dans un DOM ou un autre (opérateurs différents), alors qu'il ne s'agit pas du même taxon, etc....

A ce jour, ces indices DOM sont calculés en routine et l'information d'évaluation remonte

normalement à l'U.E. Cependant, les différents problèmes liés aux bibliothèques d'attributs des taxons (dont la codification SANDRE) n'ont jamais été mis à plat, discutés et résolus de façon concertée, voire pas résolus du tout, et il est difficile d'avoir une idée claire de la pratique actuelle et des aspects incomplets ou provisoirement défectueux, qui restent donc à harmoniser et à résoudre. Notamment, les guides méthodologiques des méthodes n'en faisant pas état, il est difficile de savoir comment ont été faites et sont utilisées les codifications SANDRE et avec quelle cohérence d'ensemble, ni même si, en pratique, il en a été créé de nouveaux pour les taxons des DOM et par qui.

Il est donc utile à ce stade de pouvoir faire un état des lieux de la pratique des intervenants et des problèmes qui se posent pour chacun d'entre eux, dans sa propre pratique, au niveau des référentiels diatomiques des DOM. Le diagnostic des pratiques actuelles et des problèmes à résoudre est un préalable qui permettrait ensuite de discuter des solutions concertées à mettre en place, par qui et quand. Par ailleurs, à l'instar de ce qui a été mis en place pour les référentiels de métropole, il est envisagé la mise en place d'un groupe d'expert spécifique DOM dans la forge Taxinomie et bioindication ayant pour but d'actualiser les listes de taxons indicels de chaque DOM en fonction de l'évolution de la taxonomie ou d'évolutions locales de cortèges, et de tenir des tables de transcodage actualisées.

Les tâches à réaliser seraient les suivantes :

- Réunion(s) d'état des lieux avec les différents partenaires impliqués dans le SNDE (SEEE, Naiades, SANDRE, etc...) pour un diagnostic des pratiques et des problèmes à résoudre,
- Discussion de modalités concertées de résolution des problèmes et d'un plan d'actions correctives à réaliser. Notamment, sur l'aspect des codifications SANDRE, établissement de l'état des manques et définition collective des principes de codification permettant de régler les problèmes rencontrés en inter-DOM, en compatibilité avec les codifications existantes en métropole (la codification SANDRE des taxons DOM par elle-même n'étant pas une tâche prise en charge par INRAE),
- Participation au démarrage et aux travaux de la nouvelle Forge DOM sous l'égide de son animatrice (optique : tenue à jour des référentiels taxonomiques des DOM et de leurs évolutions, tenue à jour de tables de transcodage).

Résultat 2023 : Note sur la mise en place du référentiel Diatomées pour les méthodes DOM (M+22)

E2.1e - Etude sur les incertitudes des laboratoires et les niveaux d'incertitudes à recommander pour la surveillance (principalement métaux dans les eaux) (BRGM, LNE)

Les agences de l'eau souhaitent l'appui d'Aquaref pour définir pour les éléments métalliques des niveaux d'incertitude acceptables (et ainsi éviter que des incertitudes anormalement fortes soient proposées par les laboratoires). L'action consistera à définir ces niveaux d'incertitudes notamment par exploitation des données de la base LABEAU.

Résultat : Note concernant les incertitudes maximales recommandées pour la surveillance des métaux dans les eaux (M+12)

E2.2 Expertise sur les données bancarisées

E2.2c - Levée de doute : appui à l'OE REU sur les données de surveillance de la deséthylterbutylazine (BRGM, LNE)

L'OE REU a alerté Aquaref en 2021 sur des données de surveillance discordantes entre 2

laboratoires pour des échantillons d'eau de surface et pour le métabolite deséthylterbutylazine. Il est proposé en association avec l'OE REU de mettre en place un plan d'essai dont l'objectif serait de comprendre l'origine des différences entre les résultats des laboratoires.

Résultats 2022 : Note sur l'action de levée de doute concernant la deséthylterbutylazine (M+12)

Communication

Les travaux issus du thème E1 feront l'objet de rapports, notes de synthèse qui seront diffusés via le site Aquaref et destinés à l'ensemble des acteurs de la surveillance. Ils feront également si cela est possible l'objet de publications scientifiques et/ou professionnelles.

En fonction des décisions retenues en cas de la refonte du site d'Aquaref les documents, résumés ou extraits, pourront être adaptés au formalisme du nouveau site.

Pour certains travaux, il serait également souhaitable de pouvoir échanger avec des utilisateurs potentiels et de recueillir leurs besoins afin d'adapter la forme du résultat, si possible.

Valorisation et transfert

La valorisation et le transfert des recommandations et lignes directrices acquises vers les autres thèmes du programme Aquaref est importante :

- Thème D : révisions annuelles des guides de recommandations techniques, supports des Journées techniques
- Thème H : révision des supports normatifs, proposition de nouvelles normes
- Thème A : réunions annuelles avec les agences de l'eau, révision de l'agrément, notes de positionnement thématique.

Le retour d'expérience après quelques années de productions Aquaref dans le cadre du thème E a mis en évidence que les connaissances acquises et travaux conduits notamment au titre de l'action E1 étaient trop peu visibles et disponibles pour les opérateurs.

Afin d'améliorer le transfert et l'acceptation, une attention particulière est portée lors de la construction du programme :

- Ecriture de notes, synthèses plus facilement appréhendables pour les laboratoires notamment
- Création d'utilitaires (fichier excel) des MRC disponibles accessibles pour les opérateurs en charge de l'évaluation et les laboratoires via le site Aquaref.
- Création d'utilitaires (fichier excel) des CIL disponibles accessibles pour les opérateurs en charge de l'évaluation et les laboratoires via le site Aquaref.

2. Travaux antérieurs

Durant les dernières années, les principaux apports et contributions ont été les suivants :

- Amélioration de la comparabilité et de la qualité des données :
 - Etude de faisabilité et développement de matériau de référence et matériaux d'essais pour accompagner la surveillance biote notamment gammare ;
 - Assignations de valeurs de référence à des essais d'aptitudes organisés par les principaux OCIL français : INERIS, BIPEA et AGLAE ;
 - Organisation de CIL sur des molécules à problèmes ou des matrices nouvelles : alkylphénols, biote ;
 - Développement et application des outils du contrôle de la qualité des instruments de mesure *in situ*, les paramètres physico-chimiques conductivité/salinité et oxygène dissous prioritairement ;
 - Note de recommandations sur les blancs.

- Contribution aux besoins des opérateurs :
 - Via la normalisation PR FD T90-240 Norme Qualité de l'eau - Caractérisation des méthodes d'analyses - Lignes directrices pour la conduite et la validation d'études de stabilité des paramètres physico-chimiques dans le domaine de l'eau ;
 - Via la création d'outils aidant les évaluateurs COFRAC dans le cadre des audits d'accréditation/agrément et les instructeurs des dossiers de demandes d'agrément.
- Contribution, au travers des actions de traçabilité, à l'amélioration de la maîtrise des opérateurs en charge des analyses via les journées techniques organisées dans le cadre du thème D notamment alkyl phénols, la mise à jour des guides de recommandations Aquaref dans le cadre du thème D, la rédaction de mémo dans le cadre du thème A.
- Amélioration de la bancarisation des données en chimie et en hydrobiologie
 - Appui technique au SANDRE pour la mise à jour des référentiels existant
 - Appui technique au SANDRE pour accompagner la surveillance sur la matrice biote
 - Appui technique au SANDRE pour anticiper et accompagner la future surveillance par les nouveaux outils de surveillance EIP, bioessais, et NTS

3. Jalons, étapes, résultats prévus et calendrier

Jalons (J) et Résultats (R)			Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
E1a	R	Note d'appui technique aux OCILs	LNE	M+20
E1b	R	Rapport d'étape « cahier des charges » de l'étude	INRAE	M+20
E1c	R	Inventaire des CIL disponibles – mis à jour	LNE	M+12
E1d1	J	Compte-rendu d'activité inclus dans le rapport d'activité annuel	LNE	M+22
E1d2	R	Note de synthèse sur les étalons des LAS	INERIS	M+12
E1e	R	Plan de conception de la CIL Perfluorés	INERIS	M+12
E1f	R	Note sur les échanges techniques de la journée thématique + supports de présentation	INERIS	M+12
E2.1.a	J	Compte-rendu d'activité inclus dans le rapport d'activité annuel	BRGM	M+22
E2.1.c	J	Compte-rendu d'activité inclus dans le rapport d'activité annuel	BRGM	M+12
E2.1.d1	J	Forge Taxinomie et Bioindication, appui au SEEE (macrophytes CE et PE, diatomées). Compte-rendu d'activité inclus dans le rapport d'activité annuel	INRAE	M+12
E2.1.d2	R	Note sur la mise en place du référentiel Diatomées pour les méthodes DOM	INRAE	M+22
E2.1e	R	Note concernant les incertitudes maximales recommandées pour la surveillance des métaux dans les eaux.	BRGM	M+12
E2.2c	R	Note sur l'action de levée de doute concernant la deséthylterbutylazine	BRGM	M+12

Indicateurs permettant d'estimer l'atteinte des objectifs du projet

Indicateur	Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
Rapport d'activité intermédiaire	LNE	M+12
Rapports d'activité final	LNE	M+22

THÈME FG

**Nouveaux outils et connaissances pour
optimiser les stratégies de surveillance**

AQUAREF – Thème FG – Nouveaux outils et connaissances pour optimiser les stratégies de surveillance

<p>Projet n°</p> <p>Contexte du projet</p>	<p>AQUAREF – Thème FG</p> <p>La Directive Cadre Eau constitue un levier majeur pour progresser dans la connaissance des contaminations de l'environnement et des sources polluantes associées ; elle est revue périodiquement. Un travail préparatoire est nécessaire au niveau des Etats Membres pour apporter à l'Europe des recommandations opérationnelles pour une évolution des actuelles stratégies de surveillance, supportée par des actions de démonstration sur le terrain.</p> <p>L'amélioration des méthodes de mesure des substances émergentes est un élément crucial pour l'évaluation du risque associé à la contamination chimique. Cependant, la multitude et la diversité des substances présentes dans notre environnement et le fait que ces substances, même si elles sont présentes individuellement à des niveaux de concentration inférieurs aux seuils de toxicité, peuvent générer des effets du fait de leur co-occurrence dans l'environnement (effets cocktails), nous oblige à faire évoluer les approches de surveillance conventionnelles, actuellement basées sur une recherche ciblée de substances individuelles. Il s'agit de compléter ces approches « top-down » par l'application d'outils et de stratégies innovantes plus réactives (du type « bottom-up ») qui permettront dans le futur d'identifier et d'anticiper les risques émergents associés aux contaminants chimiques de manière plus pertinente et plus « coût-efficace ».</p> <p>De nouveaux outils d'échantillonnage et d'analyse doivent donc être développés et mis en œuvre dans le but d'une part, d'apporter des informations complémentaires et pertinentes pour caractériser l'état chimique des masses d'eau et d'autre part, d'améliorer la représentativité des mesures tout en optimisant le coût de la surveillance. Ces méthodes complémentaires et nouveaux outils doivent faire l'objet d'une attention aussi importante que les techniques « usuelles » en termes de validation de protocoles, de métrologie et d'encadrement des performances, et dans la perspective de la généralisation de leur utilisation à terme.</p> <p>Il peut s'agir de la mesure en continu de paramètres physico-chimiques ou de l'échantillonnage de micropolluants <i>in situ</i> (capteurs en ligne et échantillonneurs intégratifs passifs (EIP)), d'approches innovantes qui visent davantage à mesurer les effets et l'impact des mélanges de substances sur le biote (méthodes basées sur les effets biologiques) ou encore de méthodes analytiques non ciblées (NTS) afin d'identifier les substances les plus récurrentes, voir celles responsables des effets le plus souvent observés.</p> <p>En termes d'appui à la surveillance, il est particulièrement question d'apporter des éclairages sur les performances, puis typologies et domaines d'application des méthodes et technologies innovantes pour la mise en évidence, l'identification, voire la quantification de contaminants ou de leurs effets dans l'eau, le biote, les sédiments, ou les boues.</p> <p>Par ailleurs, il est proposé des approches couplées, mettant en synergie les avantages de divers outils (par ex. : tests cellulaires avec prélèvements des sédiments ou extraits d'échantillonneurs passifs, biomarqueurs d'exposition ou d'effets en lien avec la surveillance état chimique biote...).</p>
--	--

	<p>Les travaux d'Aquaref de cette fiche s'inscrivent notamment dans un contexte européen de réseaux de laboratoires, avec l'objectif d'établir autant que possible des synergies et mutualisations d'efforts pour améliorer et promouvoir ces outils. On citera plus spécifiquement l'implication des membres d'Aquaref dans le réseau NORMAN (sous-groupes sur les EIP, bioessais, NTS etc.) et la valorisation des travaux dans ce cadre, mais également la participation à venir au partenariat européen PARC sur l'évaluation du risque des substances chimiques pour la santé et l'environnement. Aquaref est présent dans le Work Package 9 dédié à la mise en réseau des laboratoires impliqués dans le projet et la formulation de recommandations pour l'acquisition de données de qualité et comparables via ces différents outils « prospectifs ».</p>						
<p>Objectifs du projet</p>	<p>Répondre aux futures exigences des réglementations environnementales (notamment DCE, voire DERU, DCSMM et textes nationaux portant sur les pollutions de matrices environnementales et leurs sources) : assurer une veille scientifique sur les agents polluants émergents et sur les nouvelles méthodes de surveillance disponibles ; tester/valider des outils innovants de prélèvement, d'analyse ou de caractérisation des effets, pour l'identification et la quantification des substances chimiques dans les milieux aquatiques et matrices associées ; et enfin, assurer le transfert opérationnel des outils innovants, nouvelles approches et méthodes intégrées.</p>						
<p>Résumé du projet</p>	<p>Le thème se compose de la coordination et de trois ensembles d'actions :</p> <ul style="list-style-type: none"> • Assurer une veille scientifique et technique sur les contaminants émergents (microplastiques) et sur les nouvelles méthodes et nouveaux outils d'échantillonnage et d'analyse disponibles pour la surveillance (analyse non ciblée) ; proposer un appui scientifique et technique au Comité d'Experts Priorisation (CEP) ; assurer un lien étroit et participer aux groupes nationaux et européens sur les questions du NTS, EIP et Bioessais (sous-thème FG1). • Définir des critères harmonisés de caractérisation des performances et de validation des méthodes et outils innovants, et des référentiels d'interprétation des résultats. Valider les outils et démontrer leur pertinence <i>in situ</i> : NTS pour les rejets industriels ; élargir la gamme de contaminants organiques mesurés par un EIP de type tige silicone polaire, préciser les performances du piège à particules pour la surveillance de la contamination particulaire (sous-thème FG2). • Améliorer l'assurance qualité pour l'analyse non ciblée (NTS) et assurer le transfert opérationnel des méthodes et outils innovants pour l'usage des EIP en surveillance DCE (sous-thème FG3). 						
<p>Acteurs</p>	<p>Responsable Aquaref</p>	<table border="1"> <tr> <td>BRGM: A. Togola</td> </tr> <tr> <td>Ifremer : A.Grouhel</td> </tr> <tr> <td>INERIS : A. Assoumani</td> </tr> <tr> <td>INRAE : C. Miège (pilote de thème)</td> </tr> <tr> <td>LNE : S. Lardy-Fontan</td> </tr> </table>	BRGM: A. Togola	Ifremer : A.Grouhel	INERIS : A. Assoumani	INRAE : C. Miège (pilote de thème)	LNE : S. Lardy-Fontan
BRGM: A. Togola							
Ifremer : A.Grouhel							
INERIS : A. Assoumani							
INRAE : C. Miège (pilote de thème)							
LNE : S. Lardy-Fontan							

Autres correspondants Aquaref	BRGM : C. Soulier, J-P. Ghestem
	Ifremer : C. Munsch, Y Aminot, J-L. Gonzalez, F. Galgani, T. Burgeot
	INERIS : B. Lepot, S. Aït-Aïssa, F. Brion, P. Pandard, L. Malherbe, V. Dulio
	INRAE : M. Coquery, A. Dabrin, C. Margoum, M. Masson, S. Merel, O. Geffard
	LNE : N. Guigues, P Fiscaro, J Noireaux, E Alasonatti
Correspondant OFB	P-F. Staub
Autres correspondants OFB	O. Perceval, E. Villemagne
Autres correspondants	

Projets liés			
Date de rédaction de la fiche	Novembre 2021	Version	V1

Programme détaillé du projet

SOMMAIRE

FG0 – Pilotage du thème	99
FG1 – Veille scientifique, état de l’art, animation	99
FG1.1 - Identification de sujets émergents et potentialité des nouveaux outils pour la surveillance	99
FG1.1a. Analyse non ciblée (NTS) : Inventorier et fiabiliser les méthodes d'acquisition et de traitement des données pour la caractérisation chimique non-ciblée de matrices intégratrices (EIP, sédiment, biote) des milieux aquatiques (INRAE)	99
FG1.1b. Etat de l'art - Bilan - Veille scientifique – Enjeux des TCE (Technology Critical Elements) dans les matrices environnementales (LNE, BRGM, INRAE)	99
FG1.1c. Traitement des données NTS par IA (INERIS, BRGM)	100
FG1.2- Expertise sur les substances d’intérêt émergent	100
FG1.2a. Appui scientifique et technique au Comité d'Experts Priorisation (CEP) et aux travaux de NORMAN (GT Priorisation) pour la définition des critères de priorisation des substances (INERIS, BRGM, LNE)	100
FG1.2b. Microplastiques (INERIS, LNE, INRAE)	101
FG1.2c. Veille NTS empreintes pour la caractérisation de sources (BRGM, INERIS, LNE, INRAE)	101
FG1.3 – Réunions transverses, participation aux groupes nationaux ou européens	101
FG1.3a. Réunions transverses Aquaref / EIP (INRAE, BRGM, INERIS, LNE)	101
FG1.3b. Réunions transverses Aquaref / NTS (BRGM, INRAE, INERIS, LNE)	101
FG1.3c. Réunions transverses Aquaref / outils biologiques (INERIS, INRAE, LNE)	102
FG2 – Evaluation des performances des outils innovants	102
FG2.1 – Evaluation de performances et validation d’outils innovants, référentiels d’interprétation des résultats	102
FG2.1a. Analyse non ciblée (NTS) : Composés polaires (INERIS)	102
FG2.1b. Analyse non ciblée (NTS) : Industriels ICPE ou collectivités (INERIS)	102
FG2.1c. R&D in situ-Validation de nouveaux DGT en milieu marin (IFREMER)	103
FG2.1d. Utilisation des échantillonneurs passifs Tige Silicone Polaire (TSP) dans des contextes de contaminations différenciés (INRAE)	104
FG2.1e. Couplage d’outils innovants d’échantillonnage et d’analyse (bioessais, NTS) sur matrices eaux résiduaires (INERIS)	105
FG2.1f. Le piège à particules pour la surveillance de la contamination particulière (INRAE)	106
FG2.1g. Détermination de constantes de calibration des EIP Silicone pour substances réglementées à surveiller (BRGM, LNE, INRAE)	106
FG2.2 – Etudes de démonstration sur l’applicabilité des outils innovants pour la surveillance	107
FG2.2a. Essai d’intercomparaison des sondes in situ spectrophotométriques et fluorimétrique (LNE, INRAE, INERIS, BRGM)	107
FG3 – Assurance qualité, transfert opérationnel des outils innovants pour la surveillance et appui aux études de démonstration	107
FG3.1 – Assurance qualité pour les outils innovants	107

FG3.1a. Contribution Aquaref au Work Package 9 du partenariat européen PARC (tous les instituts) 107

FG3.2 – Transfert opérationnel des outils innovants 108

FG3.2a. Utilitaires pour le calcul harmonisé des concentrations moyennes intégrées dans le temps à l'aide d'EIP (DGT, silicone, POCIS) (BRGM, LNE, INRAE) 108

2. Communication, valorisation et transfert 108

3. Travaux antérieurs 108

4. Jalons, étapes, résultats, indicateurs prévus et calendrier 111

1. Cadrage

Périmètre et finalité du projet

FG0 – Pilotage du thème

Animation de la programmation, du suivi de l'avancement, de la finalisation (résultats) et de la valorisation des travaux du thème : présentation, classement, structuration des résultats du thème, contribution au rapport d'activité,...

FG1 – Veille scientifique, état de l'art, animation

FG1.1 - Identification de sujets émergents et potentialité des nouveaux outils pour la surveillance

FG1.1a. Analyse non ciblée (NTS) : Inventorier et fiabiliser les méthodes d'acquisition et de traitement des données pour la caractérisation chimique non-ciblée de matrices intégratrices (EIP, sédiment, biote) des milieux aquatiques (**INRAE**)

Objectif : Concevoir des nouvelles stratégies pour assurer la qualité des données NTS dans le domaine de l'analyse environnementale.

Il est prévu de réaliser :

- 1/ Un retour d'expérience sur la mise en œuvre d'une stratégie NTS pour des échantillons réels, notamment sur les méthodes et outils de traitement des résultats générés (workflow de tri et d'interprétation des données) Nous nous appuierons notamment sur un essai interlaboratoire (EIL) NORMAN co-organisé par l'INRAE et le NIVA sur le couplage d'analyses non ciblées à des extraits d'EIP. Ce travail pourra être restitué au sein du réseau Aquaref et/ou Norman.
- 2/ Aspect quantification (veille biblio + pratique) : veille sur les descripteurs moléculaires (DM) gouvernant l'ionisation (par exemple constantes de basicité, tension de surface) et premiers essais exploratoires en vue d'approximer les intensités en fonction des DM (semi-quantitatif).

Résultats : M+12 (2022) : Une note de synthèse sur l'EIL Norman sur échantillons réels (retour d'expérience sur l'EIL NORMAN avec EIP).

Jalon M+22 (2023) : Rapport d'activité.

FG1.1b. Etat de l'art - Bilan - Veille scientifique – Enjeux des TCE (Technology Critical Elements) dans les matrices environnementales (**LNE, BRGM, INRAE**)

De nombreux éléments critiques pour la technologie (TCE) sont largement utilisés dans les produits industriels clés, notamment Li, Sb, Nb, Ga, Ge, Pt, La, Ce, Gd, mais les opportunités de recyclage sont récentes et limitées à quelques éléments critiques. La présence de stocks de déchets de la mine urbaine ainsi que le tri incomplet des déchets électroniques est susceptible d'entraîner leur rejet croissant en tant que polluants environnementaux émergents. Actuellement, les connaissances quant à leur devenir dans l'environnement de même que leur écotoxicité sont parcellaires. Pour soutenir ce besoin, une meilleure connaissance du relargage de ces éléments est nécessaire ainsi que de disposer de méthodes de mesures robustes et sensibles en fonction des grandes familles (platinoïdes, REE, ...).

En 2022, cette action propose une veille scientifique sur les données de toxicité et écotoxicité pour ces éléments, les données d'occurrence disponibles, les matrices dans lesquelles ces

éléments peuvent se retrouver, les sites à privilégier à l'échelle des bassins versant pour évaluer leurs éventuels apports anthropiques à l'échelle locale (rejets urbains) ou globale (dispersion par dépôts atmosphériques, ou par apports aux sols par épandage, décharge et autres opérations), ainsi que des données sur les fonds géochimiques pour ces éléments. En 2023, sur la base des priorités fixées en 2022, des recommandations sur les outils analytiques, comme les méthodes de pré-concentration et d'analyse adaptées seront données.

Résultat M+20 (2023) : Rapport bibliographique et recommandations.

FG1.1c. Traitement des données NTS par IA (INERIS, BRGM)

L'analyse d'échantillons inconnus par chromatographie liquide ou gazeuse couplée à la spectrométrie de masse à haute résolution (LC-HRMS ou GC-HRMS) produit une large quantité de données qui peuvent être traitées via différentes méthodologies selon l'objectif d'étude visé. Il est par exemple possible de caractériser un échantillon via l'étude de l'empreinte chimique obtenue, ou tenter d'identifier spécifiquement des substances via les approches de type suspect ou non-ciblé. Les constructeurs fournissent des logiciels pour le traitement des données mais ceux-ci comportent certaines limites. Des logiciels complémentaires, libres ou non, existent également notamment pour combler certains manques des logiciels constructeurs. L'inconvénient de ces deux types de logiciel est qu'ils requièrent une expertise accrue de l'opérateur pour s'en servir, et offrent une automatisation et une standardisation des processus de traitement très limitées. En effet, le traitement des données HR-MS est souvent très long et est possiblement entaché d'une variabilité inter-opérateurs forte. De plus, pour les approches de type suspect, des bibliothèques de dizaines de milliers de spectres peuvent être consultées. Ceci permet d'identifier plus de composés inconnus mais engendre des temps de traitement très importants. Face à ces écueils, de nouvelles approches émergent dans le domaine de l'analyse environnementale, dans le but d'accélérer, fiabiliser et faciliter le traitement de données HR-MS. Des approches faisant appel à l'intelligence artificielle (IA) se développent, avec comme atouts majeurs une capacité de traitement de données élevée, et un apprentissage et une évolution concomitants à l'utilisation (machine learning). Des travaux de développement d'outils de traitements de données basés sur l'IA ont été entrepris au sein d'AQUAREF pour l'identification de substances en mode suspect, et la gestion de diverses typologies de larges jeux de données (big data).

En 2023, il est proposé de réaliser une veille bibliographique sur les outils faisant appel à l'IA pour le traitement de données HR-MS, et de présenter les travaux de développement conduits au sein d'AQUAREF.

Résultat M+20 (2023) : Note de synthèse : Veille bibliographie et présentation des travaux propres.

FG1.2- Expertise sur les substances d'intérêt émergent

FG1.2a. Appui scientifique et technique au Comité d'Experts Priorisation (CEP) et aux travaux de NORMAN (GT Priorisation) pour la définition des critères de priorisation des substances (INERIS, BRGM, LNE)

Participation d'AQUAREF aux réunions du CEP. Le prochain exercice de priorisation est prévu au titre de la campagne exceptionnelle de surveillance des PE dans l'environnement, qui constitue un objectif de la 2^{ème} Stratégie Nationale sur les Perturbateurs Endocriniens. Les substances PE et les effets associés à rechercher feront l'objet d'une consultation du CEP. Cette action également liée à la contribution française à PARC : WP4.2 sur le monitoring environnemental – étude de cas sur les PE.

FG1.2b. Microplastiques (**INERIS**, LNE, INRAE)

Aquaref poursuit son appui aux pouvoirs publics dans la réflexion autour de la mise en place d'une surveillance des microplastiques dans les milieux aquatiques continentaux. Les travaux qui pourraient être mis en œuvre concernent notamment le suivi des évolutions dans le domaine normatif, la poursuite de notre participation/suivi de GT, le suivi de projets de recherche (par ex, EUROqCHARM) et le suivi de la sortie de guidelines à l'échelle européenne. De plus, dans le cadre de la sortie en 2022 d'un AMI (OFB/ADEME) sur la mesure des microplastiques dans les eaux de surface et dans les sols, Aquaref produira, en interaction avec les membres du GT Microplastiques, un cahier des charges pour la réalisation d'une étude de caractérisation des performances méthodes de mesures des microplastiques qui seront mises en œuvre par les équipes des projets sélectionnés.

Jalon M+6 (jalon à adapter selon le calendrier de l'AMI) : Rapport d'avancement avec cahier des charges AMI (2022)

Résultat M+20 : Rapport final

FG1.2c. Veille NTS empreintes pour la caractérisation de sources (**BRGM**, INERIS, LNE, INRAE)

Parmi les applications du screening non ciblé, l'utilisation des empreintes globales, sans identification préalable des molécules, pour la caractérisation de sources de pollution se développe, parallèlement aux avancées des traitements statistiques de grands volumes de données « big data ». L'objet de ce travail est de faire un état des lieux des travaux de recherche existants sur le sujet, afin de proposer une éventuelle intégration de ces approches dans des travaux futurs d'AQUAREF (besoins méthodologiques) ou du RSP (démonstration).

Jalon M+12 (2022) : Rapport d'avancement

Résultat M+20 (2023) :

Une note de synthèse sur l'intérêt de l'utilisation des empreintes NTS pour la caractérisation de sources de pollutions : besoins méthodologiques et applicabilité dans le RSP.

FG1.3 – Réunions transverses, participation aux groupes nationaux ou européens

FG1.3a. Réunions transverses Aquaref / EIP (**INRAE**, BRGM, INERIS, LNE)

Il s'agit de faciliter la transmission des informations entre les acteurs d'Aquaref sur le sujet des EIP ; et ceci par rapport à la participation des uns et des autres aux GT nationaux et aux actions NORMAN. Par exemple, il s'agit de faire un retour sur le colloque organisé dans le cadre du réseau Norman en décembre 2020 sur la pertinence des EIP pour la surveillance dans le biote. Il s'agit aussi d'impliquer le groupe expert Aquaref dans l'organisation d'un nouveau colloque au niveau européen (réseau Norman et WG Chemicals).

Jalon M+12 : rapport d'activités intermédiaire

Résultat M+20 : rapport d'activités final

FG1.3b. Réunions transverses Aquaref / NTS (**BRGM**, INRAE, INERIS, LNE)

Il s'agit d'organiser les échanges en interne, entre thèmes Aquaref au sujet du NTS, et en externe de partager les travaux d'Aquaref sur le sujet (National ex GT National NTS, International EX NORMAN).

Action/ pont avec le GT national, échange sur le volet accréditation.

Remontée des travaux Aquaref/ BRGM sur QA/QC vers NORMAN, quels liens entre Aquaref

et les travaux DSFP ?, discussion sur le schéma priorisation intégrant le NTS, comment l'appliquer en France ?

Jalon M+12 : rapport d'activités intermédiaire
Résultat M+20 : rapport d'activités final

FG1.3c. Réunions transverses Aquaref / outils biologiques (**INERIS**, INRAE, LNE)

A ce stade, l'action est liée aux participations aux GT NORMAN et WP9 de PARC.

FG2 – Evaluation des performances des outils innovants

FG2.1 – Evaluation de performances et validation d'outils innovants, référentiels d'interprétation des résultats

FG2.1a. Analyse non ciblée (NTS) : Composés polaires (INERIS)

A l'échelle européenne, les discussions autour des substances polaires sont d'actualité, notamment substances persistantes, mobiles et toxiques (PMT) et/ou très persistantes et très mobiles (vPvM) (Reemtsma et al., Environ. Sci. Technol. 2016, 50, 10308-103015). Ces substances polaires sont peu retenues par les procédés de traitements basés sur l'adsorption, et se retrouvent dans l'environnement aquatique. Des méthodes d'analyses spécifiques sont nécessaires pour les identifier ce type de substances dans les eaux de surface. La méthode analytique actuellement utilisée pour les analyses en Non-Target Screening - NTS (extraction par cartouche HLB puis analyse avec colonne C18) n'est pas adaptée pour l'analyse de ces composés polaires. Ceci entraîne un risque élevé de ne pas détecter leur présence dans les milieux naturels.

Suite aux échanges lors du "1st NORMAN workshop on analysis of problematic compounds" à Rhodes en 2015, NORMAN a organisé fin 2016 un "collaborative trial" dont les conclusions ont permis d'identifier des pistes d'amélioration méthodologique pour l'analyse des composés polaires par NTS.

Pour cette action, basée notamment sur les approches utilisées lors de l'essai interlaboratoires NORMAN de 2016, il est proposé de tester différentes approches méthodologiques (injection directe vs SPE "polaires", analyse par HILIC). Ces tests permettront d'identifier les avantages et limites de chaque approche et de sélectionner un ou des protocoles.

En 2023, il est proposé de tester le (ou les) protocole sélectionné en le mettant en œuvre sur quelques d'échantillons. Les résultats seront comparés avec la méthode actuelle (HLB/C18) et permettront de mettre en évidence les apports de la mise en œuvre de cette approche.

Jalon M+20 (2023) : rapport d'activités intermédiaire

FG2.1b. Analyse non ciblée (NTS) : Industriels ICPE ou collectivités (INERIS)

En lien avec les travaux réalisés par l'INERIS dans le cadre son programme d'appui au MTES/DGPR sur les eaux de rejets ICPE, des retours ont été obtenus auprès d'industriels sur leur intérêt à voir tester l'applicabilité des approches NTS à ce milieu afin de pouvoir compléter la caractérisation des effluents effectuée jusqu'à présent à partir de listes ciblées (comme par exemple pour le dernier exercice RSDE ICPE 2). Ainsi, suite aux analyses effectuées sur les rejets STEU dans le cadre de l'action émergents nationaux, des travaux de faisabilité de la

méthodologie NTS (approche suspect) ont été effectués entre 2019 et 2021 sur des effluents de plusieurs types d'industrie (industrie sucrière, échantillons d'eau de tours aéroréfrigérantes) dans le cadre du programme DRC02 (INERIS-DGPR).

En 2022 et 2023, il est proposé de poursuivre ces étapes de faisabilité en l'étendant à d'autres types d'industries. Les méthodologies testées dans le cadre des travaux NTS en 2019 pourront faire l'objet en 2022-2023 d'adaptations selon les résultats obtenus et les types d'effluents testés (adaptées au besoin de la charge matricielle).

Cette action s'inscrit dans les exercices d'amélioration des connaissances de la pollution des rejets notamment en appui à l'évolution de la surveillance dans les rejets. Dans le cadre de cette étude, pour l'INERIS, cette action est en complément du programme DRC02 (INERIS-DGPR) sur l'étude des eaux de rejets ICPE.

Jalon M+12 (2022) : rapport d'activités intermédiaire

Jalon M+20 (2023) : rapport d'activités intermédiaire

FG2.1c. R&D in situ-Validation de nouveaux DGT en milieu marin (IFREMER)

L'approche DGT (Diffusive Gradients in Thin films) est maintenant largement utilisée pour des mesures *in situ* de la concentration de nombreux métaux traces (Al, Cd, Co, Cu, Cr, Fe, Pb, Mn, Zn...) dans des environnements très différents : eaux naturelles, sols et sédiments. Mais, la technique DGT "classique" (gel polyacrylamide et résine Chelex) développée initialement par "DGT Research" ne permet pas de mesurer de façon satisfaisante de nombreux contaminants, notamment Hg qui fait partie de la liste des substances prioritaires. Dans le cadre d'Aquaref, une première action a été menée en 2010 pour développer et améliorer les techniques EIP (Gonzalez *et al* – Contribution au développement et à l'amélioration des techniques d'échantillonnage passif (DGT et POCIS) – Rapport Aquaref 2011 – 61p). Cette action consistait notamment à tester (protocoles d'élution, méthodes d'analyses) de nouvelles "géométries" (gel agarose, résine "sphéron-thiol") pour des DGT Hg et les possibilités d'utilisation de ces DGT pour la spéciation du MeHg. Si les premières données obtenues ont montré que ces DGT étaient utilisables pour le milieu marin, nous avons aussi constaté un problème conséquent et systématique de contamination des blancs (problème encore plus aigu en milieu marin où les concentrations en Hg dans l'eau sont très faibles). Ce problème de contamination des blancs a conduit "DGT Research" à développer une nouvelle géométrie de DGT.

De nouvelles "géométries" de DGT, développés par "DGT Research", offrent de nouvelles possibilités de mesures de contaminants pertinents et émergents (Al, spéciation d'As et Cr, terres rares). La mesure de ces contaminants présente un intérêt majeur dans les problématiques issues de la surveillance, de la DCE ou de la DCSMM (état écologique, substances spécifiques, contaminants émergents).

L'utilisation de tous ces nouveaux DGT est à l'heure actuelle assez peu documentée, notamment pour le milieu marin.

L'objectif majeur sera de tester ces nouvelles "géométries" de DGT sur le terrain (baie du Lazaret). Les premiers essais seront réalisés par immersion de lots de DGT, en testant différents temps d'immersion et la reproductibilité des mesures. Les concentrations mesurées par DGT pourront être comparées à des mesures ponctuelles des mêmes éléments sous forme "dissoute" (eau filtrée). Dans le cas de Hg, les mesures obtenues par DGT seront comparées à celles de spéciation de Hg dissous (MeHg, Hg⁰, Hg²⁺) développées par ailleurs à Ifremer.

La même démarche sera réalisée en laboratoire, en milieu "contrôlé" (bidons d'eau de mer dans lesquels des ajouts de solutions étalons de différents éléments seront faits).

Une attention particulière sera portée à la qualité des blancs DGT (blancs laboratoire et terrain).

Cette action permettra de contribuer à la validation de ces outils pour pouvoir les inclure dans la "panoplie" actuelle des systèmes d'échantillonnage intégratifs passifs disponibles pour le milieu marin.

Les résultats obtenus permettront aussi d'alimenter les réflexions sur les utilisations potentielles et les limites des échantillonneurs intégratifs passifs : contribution aux choix et à l'adaptation des stratégies de surveillance applicables pour répondre à la DCE, notamment en ce qui concerne le choix de matrices pertinentes.

En 2022-2023, il est prévu de réaliser - des tests des DGT dans la colonne d'eau de la baie du Lazaret et en laboratoire ;

-Résultat M+20(2023) : Bilan des résultats obtenus (Rapport Final).

FG2.1d. Utilisation des échantillonneurs passifs Tige Silicone Polaire (TSP) dans des contextes de contaminations différenciés (INRAE)

La calibration des échantillonneurs intégratifs passifs TSP réalisée en 2021 pour 75 contaminants organiques (pesticides, pharmaceutiques, hormones) permet d'utiliser ces outils dans des contextes de contaminations et de dynamiques de transferts bien différenciés (agricoles, urbains, surface, souterrain...). Par ailleurs, des actions de transferts de l'outil ont déjà été menées ou sont programmées auprès des opérationnels pour répondre à leur forte demande d'utilisation d'outils simples d'utilisation, réactifs, à large spectre pour mieux caractériser les pressions ou pour évaluer l'effet des actions d'aménagement menées sur le terrain (suite aux résultats du projet Ecophyto/IMPACT CE, par exemple ; voir également l'article Margoum *et al.*, (sous presse)⁴).

Les TSP ont été conçues sous forme de petites tiges en matériau composite à base de silicone, permettant un déploiement en cours d'eau, un transport et un stockage facilités. Il manque cependant des éléments pour connaître leur fiabilité d'utilisation dans des conditions extrêmes. Nous proposons d'évaluer l'influence des conditions de transport/stockage sur la stabilité des contaminants accumulés sur les TSP, y compris longue distance (sans nécessité de congélation) ainsi que l'utilisation dans des conditions particulières (ex. transfert de contaminants dans des fossés avec assèchements réguliers ou en contexte tropical).

Enfin, nous compléterons l'évaluation des performances de l'outil (en particulier les limites de quantification) pour l'ensemble des contaminants pour lesquels nous avons déterminé les données de calibration (rapport 2021).

2022 : évaluation en laboratoire, de la conservation et de la stabilité des contaminants accumulés sur les TSP (température, assèchement).

2023-2024 : poursuite des tests en conditions réelles de terrain/transport et détermination des LQ.

Résultats :

M+18 (mi 2023) : rapport sur les essais en conditions contrôlées de laboratoire et les essais de terrain en conditions réelles

⁴ Margoum, C., Martin, A., Le Dréau, M., Guillemain, C., Gouy, V., Coquery M. (accepté). Un échantillonneur intégratif passif simple et flexible pour étudier le transfert des pesticides dans des petits bassins versants. Science, Eaux et Territoires, numéro spécial DCE.

Il est prévu, à mi-2024 (dans le cadre d'une autre coopération), de produire une note technique sur les conditions d'utilisation des TSP pour l'ensemble des contaminants testés (des données de calibration à l'interprétation des résultats, en incluant les étapes de déploiement, de transport, de stockage et d'analyse).

FG2.1e. Couplage d'outils innovants d'échantillonnage et d'analyse (bioessais, NTS) sur matrices eaux résiduaires (INERIS)

L'utilisation d'EIP pour la surveillance des eaux résiduaires, et notamment les eaux d'entrée, peut être complexe compte-tenu de la matrice à échantillonner, et vis-à-vis de la mise en œuvre sur le terrain, de l'analyse et du calcul des concentrations moyennes.

Pour faire face à cela, le Continuous Flow Integrative Sampler (CFIS) est un outil qui peut faciliter le déploiement de sorbants. Il s'agit d'un préleveur autonome, équipé d'une pompe permettant de prélever de l'eau à un débit constant. L'eau, est envoyée vers une cellule en acier inoxydable contenant des sorbants (sorbants à sélectionner au regard des substances ou familles de substances à rechercher) et vers un filtre où sont piégés les particules. Cet outil innovant, équipé d'une sonde de température, d'une carte mémoire enregistrant les données relatives au prélèvement et fonctionnant toujours à un débit constant (contact avec les sorbants contrôlé), facilite l'estimation de la concentration moyennée de substances dans le milieu sur la durée de déploiement.

La cellule Prebio est pour sa part un dispositif immersif sur lequel du biofilm se développe et accumule les substances présentes dans l'eau. Cet outil permet d'indiquer la présence ou l'absence de substances mais ne permet pas de calculer leur concentration dans le milieu.

Ces deux outils ont été déployés lors de campagnes de prélèvement dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra 2015-2018 « Innovations et changements de pratiques : Lutte contre les micropolluants des eaux urbaines » au sein du réseau d'assainissement afin de caler l'outil d'aide à la décision développé dans le cadre de ce projet. Les résultats sont assez prometteurs mais à poursuivre. En effet, les tests réalisés (3 à 4 campagnes sans total recouvrement avec la méthode de référence (échantillonnage 24h asservi au débit) ne sont pas suffisants pour valider ces nouvelles approches. Les apports de ces outils d'un point de vue opérationnel et en termes de résultats ont été présentés au colloque national du 3 et 4 octobre 2018 à Strasbourg « Micropolluants et Innovations dans les eaux urbaines ».

Pour 2022, il est proposé de poursuivre l'évaluation du CFIS et de la cellule Prebio en entrée et en sortie d'une station de traitement des eaux usées afin de vérifier leur applicabilité en surveillance des eaux résiduaires et émettre des recommandations pour leur déploiement et leur mise en œuvre. Les critères suivants seront évalués : le type et la répétabilité de la masse de substances échantillonnées, la durée optimale d'utilisation et la sensibilité de l'outil.

Pour 2023, il est en outre prévu de :

- Comparer ces nouveaux outils au prélèvement classique (pendant 24h) en déployant un préleveur automatique moyenné asservi au temps en parallèle du déploiement du CFIS et de la cellule Prebio. Les concentrations moyennes des substances obtenues par le biais du CFIS seront comparées à celles obtenues via le prélèvement automatique. Pour la cellule Prebio, une comparaison qualitative des résultats obtenus sera effectuée.
- Evaluer le couplage du CFIS à l'analyse non-ciblée d'une part et aux bioessais d'autre part pour la détection de familles de composés chimiques basés sur leur mode d'action sur des récepteurs nucléaires stéroïdiens ou récepteurs cytoplasmiques impliqués dans le métabolisme des xénobiotiques.

Jalon M+12 (2022) : rapport d'activités intermédiaire

Jalon M+20 (2023) : rapport d'activités intermédiaire

FG2.1f. Le piège à particules pour la surveillance de la contamination particulaire (INRAE)

L'évaluation des tendances temporelles de contamination dans la matrice sédiment est délicate en raison de l'hétérogénéité du sédiment prélevé (variabilité spatiale des sédiments déposés qui influence la nature des sédiments comme la distribution granulométrique), qui module les niveaux de concentrations. Nos travaux précédents Aquaref ont montré que l'évaluation des tendances de contamination à l'aide des matières en suspension (MES) était plus adaptée, puisque l'échantillonnage des MES permet de s'affranchir du biais granulométrique (cf. synthèse dans Yari et al. TSM, 2019⁵). De plus, nous avons réalisé une synthèse bibliographique et mené des travaux sur l'utilisation de pièges à particules (modèle GSB allemand, pour les fleuves ou grands cours d'eau), qui représentent une alternative pour la surveillance de la contamination des MES transportées dans les rivières (cf. rapports Aquaref⁶). Les résultats ont montré que ce type de piège à particules était un outil de choix pour échantillonner les MES dans les grands cours d'eau afin de surveiller les concentrations en contaminants hydrophobes et métaux dans la matrice sédimentaire des cours d'eau. Les pièges utilisés dans le cadre du GESB ou de l'OSR (Observatoire des sédiments du Rhône) sont adaptés pour des déploiements en grands cours d'eau, alors que l'échantillonnage de MES par piège à particules dans les petits cours d'eau nécessite des pièges de plus faible dimension. Nous proposons donc de tester d'autres types de piège utilisés couramment (notamment de type Phillips) et un modèle miniaturisé du piège à particules (GESB ou GEACOS-GranulomEtric pAssive Capture of dissolved matter & Sediment) afin d'évaluer la représentativité des MES prélevées dans les petits cours d'eau par ces différents systèmes d'échantillonnage intégratifs.

Jalon M+12 (2022) : rapport d'activités intermédiaire

Résultats M+20 : Rapport sur la représentativité des matières en suspension prélevées par différents types de pièges à particules en petits cours d'eau.

FG2.1g. Détermination de constantes de calibration des EIP Silicone pour substances réglementées à surveiller (BRGM, LNE, INRAE)

Suite à l'exercice de démonstration RSP Aquaref sur les EIP, la pertinence des membranes silicone (SR) pour le suivi des composés apolaires a été démontrée. Toutefois le manque de données de calibration rend impossible la conversion de beaucoup des mesures effectuées en concentration moyenne intégrée. L'objectif de ce travail est :

- De refaire un recensement des données de calibration existantes (mise à jour du travail effectué en 2019) ;
- De comparer les pratiques en termes de calibration afin de déterminer le protocole optimal. Les composés d'intérêt (i.e. les phytosanitaires identifiés dans l'exercice RSP-EIP) n'étant pas les plus apolaires, des protocoles simplifiés pourraient s'avérer pertinents ;
- De proposer une organisation (vraisemblablement via NORMAN) pour un exercice européen de calibration, l'objectif étant de mutualiser au mieux les moyens des laboratoires intéressés et les financements.

⁵ Yari, A., Dabrin, A., Coquery, M. - 2019. Méthodologie d'évaluation des tendances temporelles de contamination dans les sédiments et les matières en suspension des systèmes aquatiques continentaux. *Techniques Sciences Méthodes*, 114 (6), 71-84. <https://doi.org/10.1051/tsm/201906071>

⁶ https://www.aquaref.fr/recherche_thematique

Résultat M+14 : rapport sur les données existantes recensées, conditions de calibrations, prises de contact européen et proposition d'organisation.

FG2.2 – Etudes de démonstration sur l'applicabilité des outils innovants pour la surveillance

FG2.2a. Essai d'intercomparaison des sondes in situ spectrophotométriques et fluorimétrique (LNE, INRAE, INERIS, BRGM)

Les sondes spectrophotométriques et fluorimétriques permettent de réaliser des mesures de paramètres majeurs telles que les concentrations en matières en suspension, en nitrate, en carbone organique dissous, en chlorophylle... Ces sondes sont de plus en plus utilisées en recherche environnementale pour suivre les évolutions dans le temps de ces paramètres dans les milieux aquatiques avec fréquence de mesure pouvant aller typiquement de la minute à l'heure. Si des conseils de bonnes pratiques sont généralement partagés, les pratiques d'utilisation des sondes et des logiciels (permettant de convertir les signaux mesurés en concentrations pour les paramètres d'intérêt) peuvent différer d'un utilisateur à l'autre, ce qui peut engendrer des différences non négligeables sur les mesures des différents paramètres.

Ainsi, nous proposons d'organiser des essais d'intercomparaison de mesures in situ (plan d'eau, cours d'eau, eaux souterraines) de paramètres majeurs (MES, nitrates, COD/COT, chlorophylle...) à l'aide de sondes spectrophotométriques et fluorimétriques. Pour organiser ces essais, un cahier des charges avec des tests de faisabilité seront réalisés la première année. Lors de la deuxième année, des échantillons seront prélevés sur 5 à 8 sites d'intérêt et envoyés aux différents participants de l'essai afin qu'il réalise des analyses avec leur sonde dans leur laboratoire. La troisième année, qui sera inscrite lors de la prochaine programmation Aquaref, sera consacrée aux essais sur site (2 ou 3 sites d'intérêt sélectionnés) où les participants devront réaliser les mesures et acquérir les données avec une haute fréquence temporelle sur plusieurs jours. Les résultats de ces essais permettront d'évaluer à quel point les pratiques influencent les données produites et d'éditer un certain nombre de conseils de bonne pratique pour harmoniser les pratiques et les résultats.

Résultat M+12 : cahier des charges, incluant un test de faisabilité.

Jalon M+20 : rapport d'activité

Les résultats des essais et guide de bonnes pratiques feront l'objet d'un rapport final en 2024 dans le cadre d'une prochaine coopération.

FG3 – Assurance qualité, transfert opérationnel des outils innovants pour la surveillance et appui aux études de démonstration

FG3.1 – Assurance qualité pour les outils innovants

FG3.1a. Contribution Aquaref au Work Package 9 du partenariat européen PARC (tous les instituts)

Pour rappel, le WP9 de PARC soutiendra le développement et le maintien des infrastructures et des capacités humaines nécessaires en (i) faisant l'inventaire des réseaux de surveillance et de biosurveillance existants, des banques de spécimens environnementaux, des réseaux et des

capacités de laboratoire et d'autres ressources dans divers domaines de l'évaluation des risques, (ii) en identifiant les lacunes et en concevant des activités contribuant à combler ces lacunes, (iii) en coordonnant les activités conjointes pour renforcer les capacités (par exemple, la mise en œuvre des approches de normalisation/harmonisation), et (iv) en mettant en place un réseau de formation pour les membres du PARC et les communautés d'évaluateurs et de gestionnaires des risques.

Cette action FG3.1a comprend la participation aux réunions du Partnership impliquant différents sujets communs au thème F/G et au WP9 de PARC, sur la fiabilisation des données acquises via des outils « innovants » (EIP, NTS, bioessais), et méthodes substances émergentes.
Jalon M+22 : rapport d'activités

FG3.2 – Transfert opérationnel des outils innovants

FG3.2a. Utilitaires pour le calcul harmonisé des concentrations moyennes intégrées dans le temps à l'aide d'EIP (DGT, silicone, POCIS) (BRGM, LNE, INRAE)

Suite aux actions des années précédentes, de premiers utilitaires ont été finalisés, comportant cependant différentes limites (non prise en compte de l'incertitude, complexité de calculs...). L'objectif de cette action complémentaire est d'améliorer le design et la praticité de ces utilitaires et de les compléter sur le volet incertitudes.

Résultat M+12 (2022) : Inclusion de calculs d'incertitudes et mises à jour des utilitaires.

Résultat M+18 (2023) : Journée technique pour l'aide à la prise en main des utilitaires de calculs.

2. Communication, valorisation et transfert

Rapports et publications scientifiques sur les résultats, notes de position à diffuser sur le site d'AQUAREF et avec large dissémination au niveau européen.

D'autres produits de communication pourront être programmés pour mieux adresser les différents organismes cibles sur les résultats de ces actions.

Transfert vers DG ENV (WG « Chemicals »), réseau NORMAN et les autres Etats Membres dans le cadre des travaux de révision de la DCE.

Transfert vers Thème C pour les méthodes d'échantillonnage.

Transfert vers Thème D pour les développements analytiques.

Transfert vers Thèmes H et vers E pour OCIL.

3. Travaux antérieurs

Les travaux antérieurs sur les substances émergentes se sont focalisés sur l'amélioration des connaissances, des performances et la maîtrise des méthodes de mesure dans les programmes de surveillance des agences de l'eau.

Une partie importante des activités était dédiée à la priorisation des substances selon différents objectifs / actions. C'est grâce aux travaux menés en collaboration avec le réseau NORMAN qu'AQUAREF a pu aboutir à la définition d'un référentiel commun de priorisation des contaminants des milieux aquatiques en 2012⁷. Ainsi de manière tout à fait opérationnelle ces activités ont permis de produire :

- la liste de substances prioritaires pour intégration dans l'étude prospective 2012 dans les eaux de surface en métropole et dans les DOM (catégorie 2 du référentiel);
- la proposition de liste de substances spécifiques de l'état écologique (PSEE) pour chaque bassin (catégorie 1 du référentiel) ;
- les propositions pour la sélection des substances de la Feuille de Route Transition Ecologique (FRTE) (Conférence Environnementale pour la Transition Ecologique du 14 et 15 septembre 2012) ;
- les recommandations du CEP pour la liste des « Substances Pertinentes à Surveiller » (SPAS) suite aux résultats de l'étude prospective de 2012 dans les eaux de surface.

A partir de 2014 le volet « Animation scientifique du Comité Experts Priorisation (CEP) » a été inclus dans la Fiche Thème 7 bis de la Convention INERIS-AFB (la partie expertise d'AQUAREF sur les aspects métrologiques faisant toujours partie du périmètre de l'Action F).

L'ensemble des travaux au sein de cette action, la veille scientifique et les échanges au niveau européen montrent que la multiplicité des substances présentes dans l'environnement non réglementées et potentiellement responsables d'effets sur l'homme et sur les écosystèmes ne nous permet plus d'utiliser uniquement une approche de type « top-down » avec des substances ciblées et prises en compte individuellement. Il est en effet nécessaire – pour améliorer l'identification des substances responsables des effets observés – de compléter l'approche « top-down » avec une approche du type « bottom-up » (monitoring-based et effect-based) basée sur les résultats des techniques d'analyse chimique non-ciblée et sur l'application combinée d'outils biologiques qui permettent d'identifier les contaminants émergents d'intérêt au-delà des substances déjà ciblées selon les connaissances actuelles.

Au vu de l'évolution rapide de ces nouvelles approches de surveillance, la collaboration des experts d'Aquaref dans le réseau NORMAN est cruciale pour avancer de manière plus efficace et harmonisée au niveau européen. Un certain nombre d'actions Aquaref menées sur ces nouveaux outils et nouvelles stratégies d'échantillonnage et de mesures ont donc vocation à se poursuivre. On peut ici rappeler certaines actions Aquaref concernant les échantillonneurs intégratifs passifs, qui sont parvenus à terme lors des exercices précédents :

- *Des actions ont porté sur le développement de nouveaux échantillonneurs passifs prometteurs, en termes notamment d'application à de nouvelles molécules d'intérêt, ainsi que des systèmes automatisés et portables permettant d'échantillonner et concentrer, in situ (eaux douces et salées) et en laboratoire, les contaminants organiques.*
- *Des démarches globales d'estimation des incertitudes pour les échantillonneurs*

⁷ Dulio. V. et Andres S. (2012). Référentiel méthodologique pour la priorisation des micropolluants des milieux aquatiques établi par le Comité d'Experts National pour la priorisation des micropolluants aquatiques (CEP)

intégratifs, ainsi que des études de la robustesse de différents dispositifs (DGT, POCIS, passive SBSE).

- *La réalisation de transfert des outils vers l'opérationnel avec par ex. un référentiel d'accréditation sur l'échantillonnage passif, la production d'un SOP (standard operating procedure) pour le déploiement de SPMD, rédaction d'un projet de pré-norme DGT.*
- *Le bilan des opérations "grande échelle" (utilisation DGT, POCIS, SBSE, SPMD) dans les eaux littorales de la Méditerranée et DOM pour des substances prioritaires et émergentes.*
- *La rédaction d'un texte de position du consortium Aquaref sur application des échantillonneurs passifs pour la mesure des contaminants organiques, puis la réalisation d'un séminaire experts Aquaref /NORMAN fin 2014.*

Concernant les capteurs en ligne et techniques de mesure en continu *in situ* :

- *La production d'une veille scientifique et technique sur les capteurs (par exemple la réalisation d'un panorama des dispositifs de mesure en continu et portable commercialement disponibles ainsi qu'une synthèse sur les protocoles d'évaluation de performances existants)*
- *Une note sur comment choisir un dispositif de mesure en continu*
- *Le développement et transfert vers les opérateurs d'un préleveur autonome pour eaux côtières et estuarienne.*

Enfin, pour ce qui est des outils biologiques :

- *La rédaction de guides méthodologiques pour la mesure de la vitellogénine et de l'intersexe accompagnée d'une note portant sur la procédure de validation de ces biomarqueurs.*
- *La proposition d'une méthode standardisée d'évaluation d'œstrogènes-équivalents au sein de matrices environnementales complexes avec en particulier, l'identification des méthodes existantes et des besoins méthodologiques, l'élaboration de protocole pour l'évaluation, puis la Participation à un exercice européen d'inter calibration.*

4. Jalons, étapes, résultats, indicateurs prévus et calendrier

Jalons (J) et Résultats (R)			Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
FG1.1a	R	Note de synthèse sur l'EIL Norman sur échantillons réels (retour d'expérience sur l'EIL NORMAN avec EIP). Rapport d'activité: analyse non ciblée et aspect semi-quantitatif	INRAE	M+12
	J			M+22
FG1.1b	R	Dosage des TCE : rapport bibliographique et recommandations	LNE	M+20
FG1.1c	R	Traitement des données NTS par IA, note de synthèse	INERIS	M+20
FG1.2a	J	Rapport d'activité: Appui scientifique et technique au CEP et GT Priorisation pour la définition des critères de priorisation des substances	INERIS	M+12 M+22
FG1.2b	J	Microplastiques - Rapport d'avancement avec cahier des charges AMI OFB/ADEME Rapport final	INERIS	M+6
	R			M+20
FG1.2.c	J R	Intérêt de l'utilisation des empreintes NTS pour la caractérisation de sources de pollutions : besoins méthodologiques et applicabilité dans le RSP.	BRGM	M+12 M+20
FG1.3a.	J	Réunions transverses externes Aquaref / EIP	INRAE	M+12 M+22
FG1.3b.	J	Réunions transverses externes Aquaref / NTS	BRGM	M+12 M+22
FG2.1a.	J	Analyse non ciblée (NTS) : Composés polaires - Rapport d'activités intermédiaire	INERIS	M+20
FG2.1b.	J	Analyse non ciblée (NTS) : Industriels ICPE ou collectivités - Rapport d'activités intermédiaire Rapport d'activités intermédiaire	INERIS	M+12
	J			M+20
FG2.1c	R	Nouveaux DGT en milieu marin - Rapport Final	IFREMER	M+20
FG2.1d	R	Echantillonneurs passifs TSP - Rapport	INRAE	M+18
FG2.1e	J	Outils innovants d'échantillonnage / Bioessais / NTS sur matrices eaux résiduelles - Rapport d'activités intermédiaire	INERIS	M+12

	J	Rapport d'activités intermédiaire		M+20
FG2.1f.	J R	Rapport final sur les pièges à particules	INRAE	M+12 M+20
FG2.1g	R	Rapport sur les constantes de calibration pour substances réglementées à surveiller par EIP Silicone, recensement, détermination des conditions optimale de calibrations, prises de contact européen et proposition d'organisation.	BRGM	M+14
FG2.2a	R J	Cahier des charges – essais d'intercomparaison de sondes in situ spectrophotométriques et fluorimétriques	LNE	M+12 M+22
FG3.1a	J	Contribution Aquaref à PARC rapport d'activité	TOUS	M+22
FG3.2a	R	Utilitaires de calculs pour les 3 types d'EIP mis à jour	BRGM	M+12
FG3.2a	R	Supports de la journée technique sur les utilitaires	BRGM	M+18

Indicateurs permettant d'estimer l'atteinte des objectifs du projet

Indicateur	Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
Rapport d'activité intermédiaire	INRAE	M+12
Rapport d'activité final	INRAE	M+22

THÈME H

Normalisation – Chimie

AQUAREF – Thème H – Normalisation - Chimie

Projet n°	AQUAREF – Thème H		
Contexte du projet	Les experts français des établissements du consortium Aquaref participent depuis 2002 pour le domaine Chimie, à l'élaboration de positions françaises en matière de normalisation et activités connexes.		
Objectifs du projet	Analyser les enjeux européens et internationaux en termes de développement de méthodes officielles d'analyses physico-chimiques, contribuer activement aux projets normatifs en lien avec la surveillance de la qualité des eaux environnementales, et piloter leur mise en œuvre nationale.		
Résumé du projet	<p>Pour 2022-2023, cette action sera strictement limitée aux actions relatives à la physico-chimie des eaux, pour des paramètres liés à des obligations réglementaires, qu'il s'agisse de développement de méthodes nouvelles ou de la révision de méthodes déjà établies, aux différents niveaux géographiques :</p> <ul style="list-style-type: none"> • Normalisation française, • Normalisation européenne, • Normalisation internationale, en tant que niveau déclencheur des projets complexes ou de grande ampleur. 		
Acteurs	Responsable Aquaref	BRGM : J-P. Ghestem	
		INERIS : M-P. Strub	
		LNE: N. Guigues	
		Pilote du thème à redéfinir à partir de 2022	
	Autres correspondants Aquaref	BRGM : L. Amalric	
		Ifremer : A. Grouhel-Pellouin (informée)	
		INERIS : B. Lepot, A. Assoumani, A. Papin	
		Irstea : C. Margoum (informée)	
		LNE : B. Lalère, S. Lardy- Fontan	
	Responsable OFB	P-F. Staub	
Autres correspondants OFB			
Autres correspondants			
Projets liés			
Date de rédaction de la fiche	Novembre 2021	Version	V1

Programme détaillé du projet

1. Cadrage

Les experts Aquaref participent à la définition de la stratégie européenne et internationale, élaborent leur transfert dans le contexte national, et portent en retour les positions françaises à l'international. Ils assurent une veille permanente sur le développement de thématiques supra nationales de surveillance des milieux aquatiques, et un appui aux pouvoirs publics dans le cadre de l'évaluation de ces thématiques.

Cette activité constitue en outre un espace d'échange entre Aquaref et les laboratoires de routine, principaux utilisateurs des méthodes d'analyse normalisées, et impliqués à ce titre dans leur processus de mise au point dans les différents compartiments de la production de résultats de mesure, depuis le prélèvement jusqu'à l'assurance qualité.

Cette action a pour finalité :

- Le suivi des travaux de normalisation supranationale, afin de s'assurer que les sujets traités le soient d'une manière conforme aux besoins des prescripteurs, en prenant en compte les limitations des opérateurs nationaux (H1) ;
- Le pilotage des actions nationales de manière à compléter au niveau national les actions européennes par des méthodes de référence sur lesquels un besoin d'harmonisation perdure malgré l'absence de consensus européen (H1) ;

avec le périmètre suivant : méthodes de prélèvement, de caractérisation physico-chimique des eaux superficielles, souterraines, marines et de rejet.

Pour 2022-2023, cette action restera strictement limitée aux actions relatives à la physico-chimie des eaux, pour des paramètres liés à des obligations réglementaires. Elle ne pourra en conséquence soutenir aucune autre action concernant les sédiments, les boues de STEU, le biote.

H0 – Pilotage du thème

Le pilotage du thème est assuré aux niveaux national et international. Il donne lieu à un rapportage.

H1 – Animation et suivi des commissions de normalisation française, européenne et internationale

Les groupes techniques « eaux » suivant feront l'objet d'une animation :

**Tableau 1 : Animation et suivi des commissions
de normalisation française, européenne et internationale**

Nom Commission	Représentant Téléphone – Courriel	Partenaire	Fréquence
AFNOR			
T90A « Qualité de l'Eau – général »	À définir JP. Ghestem, N. Guigues, B. Lepot, L. Amalric, B. Lalère,	A définir	Semestrielle
T90L « Mesures en continu pour l'eau »	N. Guigues 01 40 43 37 01 Nathalie.guigues@lne.fr	LNE	Quadrimestrielle
T90Q « Contrôle Qualité » (validation, incertitudes mesures)	B. Lalère 01 40 43 38 10 beatrice.lalere@lne.fr	LNE	Quadrimestrielle
T91B « Eaux-paramètres de base »	J.P. Ghestem 02 38 64 30 74 jp.ghestim@brgm.fr	BRGM	Quadrimestrielle
T91E « Eaux- Échantillonnage et conservation », y compris GTs ad hoc	B. Lepot 03 44 55 68 14 benedicte.lepot@ineris.fr	INERIS	Quadrimestrielle
T91F « Micropolluants minéraux »	J.P. Ghestem 02 38 64 30 74 jp.ghestim@brgm.fr	BRGM	Semestrielle
T91M « Micropolluants organiques »	L. Amalric 02 38 64 34 92 l.amalric@brgm.fr	BRGM	Quadrimestrielle
GT ad hoc « analyse des microplastiques »	S. Lardy-Fontan Sophie.lardy-fontan@lne.fr	LNE	Bimestrielle
GT ad hoc « analyse des pesticides »	L. Amalric 02 38 64 34 92 l.amalric@brgm.fr	BRGM	Trimestrielle
CEN TC 230 « qualité de l'eau »			
TC230 – commission plénière*	L. Amalric 02 38 64 34 92 l.amalric@brgm.fr	BRGM	Annuelle
WG1 « analyse de l'eau – analyse des substances prioritaires de la DCE suivant des méthodes normalisées »*	S. Lardy-Fontan sophie.lardy-fontan@lne.fr L. Amalric	LNE	Annuelle + 1 réunion de travail
WG4 « analyse de l'eau – échantillonnage automatique, analyseurs en ligne et portables »	N. Guigues	LNE	Annuelle (+ 2 réunions de travail)
ISO 147 « Qualité de l'eau, méthodes physiques, chimiques et biologiques »			

ISO/TC147 structure de coordination	A définir	A définir
JWG1 (ISO/TC 147 – ISO/TC 61) microplastiques	S. Lardy-Fontan	LNE
SC1 vocabulaire	A définir	A définir
SC2 « Méthodes d'analyses chimiques » chimiques (Projets des WGs , 76)	L. Amalric 02 38 64 34 92 l.amalric@brgm.fr	BRGM
SC2 « Méthodes d'analyses chimiques » chimiques (Projet du WGs 48)	B. Lalère	LNE
SC2 « Méthodes d'analyses chimiques » chimiques (Projets des WGs 66, , 79, 81, 82, 83)	JP. Ghestem	BRGM
SC6 échantillonnage (Projets des WGs 1, 3, 16)	B. Lepot	INERIS

Tous les 18 mois –
périodicité perturbée par la pandémie.

en gras : **présidences**

*sous réserve de cofinancement

Les projets suivis (ou portés, en caractères gras) dans le cadre de ces travaux, (programme prévisionnel 2022-2023 à la date de rédaction de cette fiche) sont répertoriés ci-après. Ils comportent en tant que de besoin la revue des documents aux différents stades d'élaboration, ainsi que la participation aux CIL de validation le cas échéant, quand la méthode présente un intérêt pour la surveillance des milieux aquatiques et les partenaires Aquaref disposent des matériels nécessaires, au titre de l'action H2.

Ne sont pas repris les projets suivis en 2020-2021 et dont l'avancement n'autorise plus de modification, et déclenchera des décisions de publication en octobre 2021, avec publication effective avant la fin du premier trimestre 2022.

Méthodes d'analyse physico-chimiques :

- ISO/DIS 23695 Qualité de l'eau — Détermination de l'azote ammoniacal dans l'eau — Méthode utilisant des cuvettes préremplies
- ISO/DIS 23696 Qualité de l'eau — Détermination des nitrates dans l'eau — Méthode utilisant des cuvettes préremplies
- ISO/DIS 23697 Qualité de l'eau — Détermination de l'azote total dans l'eau — Méthode utilisant des cuvettes préremplies
- Révision de (NF EN) ISO 10304-4 Qualité de l'eau - Anions dissous – détermination par chromatographie d'échange d'ions
- Travaux du CEN sur la chlorophylle A : surveillance de la compatibilité avec les textes nationaux
- **Pr NF « mesure du potentiel d'oxydo-réduction dans l'eau »,**
- ISO/CD 24384 Qualité de l'eau — Détermination du chrome (VI) et du chrome (III) dans l'eau — Méthode par couplage LC-ICP-MS après traitement chélatant
- Révision de (NF EN) ISO/CD 17294-1 Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS) — Partie 1: Lignes directrices générales
- Révision de (NF EN) ISO 17294-2) Qualité de l'eau - Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) - Partie 2: Dosage des éléments sélectionnés y compris les isotopes d'uranium

- ISO/DIS 23256 Qualité de l'eau — Détection rapide des PCBs, furanes et biphényles dioxin-like — Méthode avec capteur immunitaire de flux
- ISO/WD 21677 Qualité de l'eau – détermination de l'HBCD – méthode par couplage HPLC/MS, *sous réserve qu'un chef de projet puisse être proposé par le Canada*
- Projet NF T90-XXX-1 Qualité de l'eau — détermination des microplastiques — Partie 1 : méthodes par couplage microscopie électronique -spectrométries vibratoires
- Projet NF T90-XXX-2 Qualité de l'eau — détermination des microplastiques — Partie 2 : méthodes par couplage pyrolyse/GC/MS
- Portage à l'ISO de NF T90-XXX-1 (ISO/NP XXXXX-1), au sein du groupe de travail conjoint entre les comités « qualité de l'eau » et « matières plastiques », dont la première réunion se tiendra les 20 et 21 octobre 2021
- ISO/NP XXXXX-2, Qualité de l'eau — détermination des microplastiques — Partie 2 : méthodes par couplage méthodes thermiques/GC/M, analogue à NF T90-XXX-2
- ISO ou CEN NWIP à venir Qualité des eaux - Dosage d'estrogènes sélectionnés dans des échantillons d'eau totale — Méthode par extraction en phase solide (SPE), avec couplage chromatographie-spectrométrie de masse (SM) ³
- Projet NF T90-ZZZ : qualité de l'eau - détermination résidus de pesticides sélectionnés et de métabolites dans les eaux douces - méthodes d'analyses multi-classes avec une détection par spectrométrie de masse
- Projet NF T90-TTT : réflexion à démarrer sur l'encadrement des méthodes de non-target screening
- **Pr FD T90-240 « Guide pour la conduite d'étude de stabilité de paramètres physicochimiques dans les matrices eaux et sédiments »** : portage à la normalisation du guide d'évaluation de la stabilité des échantillons construit dans le cadre du programme Aquaref (2014-2016)
- **ISO/DTS 5567-25 « Guide pour la conduite d'étude de stabilité de paramètres physicochimiques dans les matrices eaux et sédiments »,** portage à l'ISO/TC147/SC6/WG3 du précédent)
- **CEN/TS XXXXX : Qualité de l'eau - lignes directrices pour la validation de méthodes d'analyses appliquées à l'eau totale**
- NP ISO/TS 7013 Qualité de l'eau — Document d'orientation sur la conception d'un essai interlaboratoires pour la validation d'une méthode analytique

Échantillonnage :

- ISO/AWI 5667-3 (Rev) Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau
- **ISO/DTS 5667-25 Qualité de l'eau -- Échantillonnage -- Partie 25 : Ligne directrice sur la validation du temps de conservation des échantillons d'eau** (pour mémoire, portage à l'ISO de NF T90-240)
- ISO/DIS 5667-26 Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 26 : Lignes directrices sur l'échantillonnage pour les paramètres de l'océan système de dioxyde de carbone
- ISO/AWI 5667-27 Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 27 : Échantillonnage des particules et fibres microplastiques dans l'eau
- **Révision de FD T90-523-3 Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement : Partie 3 : prélèvement d'eaux souterraines**

³ Le projet CEN sur les composés perfluorés n'a pas à la date de rédaction de cette fiche vocation à être suivi par AQUAREF car il est pour l'instant limité aux eaux de consommation humaine.

- **Pr FD T90-523-4 « Qualité de l'eau - Guide d'échantillonnage pour le suivi de la qualité des eaux dans l'environnement - Partie 4 : Echantillonnage en plan d'eau**

Mesure en continu :

- **NWIP CEN TC230 WG4 : exigences minimales pour la sélection, l'installation et la mise en œuvre de la mesure en continu**
- Révision de (NF) EN 16479:2014 : Qualité de l'eau - Exigences de performance et modes opératoires d'essai de conformité pour les équipements de surveillance de l'eau - Dispositifs d'échantillonnage automatiques (échantillonneurs) pour l'eau et les eaux usées
- Révision (amendement) (NF) EN 17075 Qualité de l'eau - Exigences générales et modes opératoires d'essai de performance pour les équipements de surveillance de l'eau - Dispositifs de mesure
- **Pr FD T90-076 Evaluation des performances des dispositifs de mesure en continu et portables - Protocoles et modes opératoires**

H2 – Travaux techniques en support du processus de normalisation

La révision du fascicule de documentation concernant les opérations d'échantillonnage en eau souterraine (FD T90-523-3) est assurée par Aquaref (BRGM) via l'animation d'un groupe dédié. La rédaction a été initiée en 2021 et se poursuivra sur l'année 2022. La rédaction du document ainsi que l'animation de ce groupe sont inscrites dans la programmation Aquaref 2022-2023.

Communication

Chaque réunion planifiée (H1) par les organismes de normalisation national (AFNOR), européen (CEN/TC230) ou international (ISO/TC147) donne lieu à la diffusion à l'OFB, la DEB, la DGPR, les AE et le BEMA d'une note de débriefing faisant la synthèse des discussions et des décisions prises au cours de la réunion, reflétant l'avancement des projets de textes normatifs. Les réunions de groupes de travail techniques préparatoires aux réunions citées ci-dessus ne font pas l'objet d'un rapportage spécifique, qui est effectué dans le cadre des groupes de rattachement ci-dessus.

L'activité globale fait l'objet de la rédaction d'un rapportage annuel (H0) par le pilote, diffusé aux mêmes interlocuteurs.

Valorisation et transfert

La **valorisation** des travaux techniques se déroule en dehors du cadre Aquaref par la publication de normes, normes expérimentales ou fascicules de documentation par les organismes nationaux ou internationaux. Aquaref contribue à leur **transfert** par une communication ciblée au sein des groupes nationaux animés, par les journées techniques organisées dans le cadre du thème D3, et par leur prise en compte dans les guides techniques.

Les notes débriefing sont adressées à des correspondants identifiés à l'OFB, la DEB, la DGPR, dans les AE et au BEMA. De cette façon, les utilisateurs prescripteurs sont impliqués en temps réels dans le pilotage et le déroulé des projets.

Sur simple sollicitation, une session d'information méthodologique peut être organisée, soit par le pilote du thème, avec le concours de la responsable ministérielle aux normes, sous réserve que l'OFB se charge des locaux et des approvisionnements.

Les utilisateurs finaux des documents normatifs produits par chaque secteur sont impliqués dans les travaux par leur participation volontaire aux réunions et par la diffusion par le truchement de l'Afnor de toutes les versions successives des projets pour commentaire. Ils ont

également accès au document de synthèse annuel.

Le **transfert** des normes élaborées dans le cadre de H1 est facilité par la participation de partenaires Aquaref aux CIL de validation des normes dans le cadre de l'action H2, quand ils disposent de l'appareillage nécessaire et en maîtrise la technique. En effet, cette participation permet l'évaluation de la difficulté de prise en main expérimentale du protocole décrit, ainsi que l'accès aux résultats de la CIL de validation, mettant en lumière d'éventuels biais (appareillage, description d'une ou plusieurs étapes, modes de calcul des résultats...) qui ne sont pas toujours détectables par une simple lecture.

Participation aux CILs susceptibles d'être organisées envisagée pour l'année 2022 :

- Le BRGM, pour le projet NF T90-ZZZ : qualité de l'eau - détermination résidus de pesticides sélectionnés et de métabolites dans les eaux douces - méthodes d'analyses multi-classes avec une détection par spectrométrie de masse

2. Travaux antérieurs

L'action H est une action pérenne présente dans la programmation Aquaref depuis la création du consortium. Elle a donné lieu au suivi et au pilotage des positions françaises pour tout le corpus normatif en prélèvement et physico-chimie depuis 2008.

3. Jalons, étapes, résultats prévus et calendrier

Jalons (J) et Résultats (R)			Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
N° 1 à n	J	CR de réunion des différentes réunions prévues au tableau 1	Cf. Tableau 1	Au fil de l'eau
	J	Evolution du document FD T90-523-3 et comptes rendus intégrés aux comptes rendus de la commission T91E	BRGM	Au fil de l'eau

4. Indicateurs permettant d'estimer l'atteinte des objectifs du projet

Indicateur	Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
Liste des jalons 1 à n diffusés au titre de l'année N	A définir	T2 année N+1

5. Gouvernance

Il est nécessaire de rappeler ici que la finalisation des projets auxquels les experts d'AQUAREF apportent leur participation est gérée par les organismes nationaux ou supranationaux de normalisation en respect d'un processus sur lequel Aquaref n'a pas d'influence organisationnelle.

THÈME I

Normalisation – Méthodes hydrobiologiques

AQUAREF – Thème I – Normalisation - Méthodes hydrobiologiques

Projet n°	AQUAREF – Thème I														
Contexte du projet	<p>Les experts français des établissements du consortium Aquaref participent depuis 2008 à l'élaboration des textes normatifs français et européens concernant les méthodes de surveillance hydrobiologique des eaux littorales et continentales. En plus de 10 années, la stratégie de normalisation qui a été définie pour mettre en cohérence les référentiels techniques avec l'évolution des méthodes mais également avec la logique de surveillance DCE a permis de consolider fortement les outils nationaux mis à disposition des gestionnaires des réseaux. Sur le plan européen, l'implication dans les travaux du CEN a largement été renforcée, afin de peser dans l'élaboration des normes européennes.</p> <p>Il s'agit ici de poursuivre et de coordonner ces actions, en conservant l'objectif de disposer à terme de l'ensemble des documents méthodologiques de référence nécessaire à la mise en œuvre des méthodes de surveillance dans les réseaux de mesure DCE, en cohérence avec les autres actions Aquaref qui sont menées dans les domaines connexes.</p>														
Objectifs du projet	Coordonner la mise en chantier et l'évolution des référentiels normatifs nationaux, élaborer les projets de normes et réviser les normes et guides d'application publiés, assurer une veille et une participation active à l'élaboration des normes européennes.														
Résumé du projet	<p><u>I1 – Normalisation des protocoles de mesure hydrobiologique</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • I1.5 Mise à jour du fascicule de documentation FD T90-728 "échantillonnage des macrophytes en plans d'eau" – Irstea • I1.6 Elaboration du fascicule de documentation - FD- "cyanobactéries dans les comptages au sens de la norme NF EN 15204" – INRAE • I1.8 Elaboration du fascicule de documentation – FD - NF T90-701 <p><u>I2 – Pilotage de normalisation française, travaux européens</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • I2.1 Mise en œuvre de la stratégie de normalisation française – INRAE, Ifremer • I2.2 Normalisation européenne CEN TC230/WG2x – INRAE, Ifremer 														
Acteurs	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%;">Responsable Aquaref</td> <td>INRAE : C. Chauvin (pilote de thème)</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Ifremer : S. Guesdon</td> </tr> <tr> <td>Autres correspondants Aquaref</td> <td>INRAE : C. Laplace-Treytore, V. Bertrin, S. Boutry, M.Lepage</td> </tr> <tr> <td>Responsable OFB</td> <td>N. Hette-Tronquart</td> </tr> <tr> <td>Autres correspondants OFB</td> <td>M. Akopian</td> </tr> <tr> <td>Autres correspondants</td> <td>MTE : S. Vauclin</td> </tr> </table>			Responsable Aquaref	INRAE : C. Chauvin (pilote de thème)		Ifremer : S. Guesdon	Autres correspondants Aquaref	INRAE : C. Laplace-Treytore, V. Bertrin, S. Boutry, M.Lepage	Responsable OFB	N. Hette-Tronquart	Autres correspondants OFB	M. Akopian	Autres correspondants	MTE : S. Vauclin
Responsable Aquaref	INRAE : C. Chauvin (pilote de thème)														
	Ifremer : S. Guesdon														
Autres correspondants Aquaref	INRAE : C. Laplace-Treytore, V. Bertrin, S. Boutry, M.Lepage														
Responsable OFB	N. Hette-Tronquart														
Autres correspondants OFB	M. Akopian														
Autres correspondants	MTE : S. Vauclin														
Projets liés	Thème B (méthodologie), thème E (référentiels), thème A (appui à la réglementation)														
Date de rédaction de la fiche	Novembre 2021	Version	V1												

e

Programme détaillé du projet

1. Cadrage

Périmètre et finalité du projet

Les différentes tâches proposées dans le thème I répondent à plusieurs besoins :

- Assurer la cohérence entre la normalisation et le développement des méthodes, les référentiels techniques, la bancarisation, les politiques de qualité des données.
- Assurer l'évolution des normes publiées pour les consolider et les adapter à leur utilisation (révisions, homologation, guides d'application, conformité aux normes EN).

Ainsi, les principales actions viseront à :

- Elaborer et diffuser des référentiels techniques de méthodes de surveillance hydrobiologique (normes, guides d'application). Il s'agira de normaliser les protocoles d'acquisition de données au fur et à mesure de leur validation, d'assurer la révision des textes existants, de participer activement à l'élaboration des projets de normes EN et aux meetings du CEN dans tous les thèmes de la surveillance en hydrobiologie.
- Piloter les actions de normalisation en rapport avec le contexte de la surveillance. Il s'agira d'articuler l'élaboration et la révision des documents normatifs nationaux encadrant les mesures hydrobiologiques avec le développement méthodologique de ces protocoles par les scientifiques.

Ces référentiels sont nécessaires pour assurer la robustesse des protocoles techniques prescrits dans la surveillance, et constituent les bases harmonisées des politiques « qualité » mises en place (accréditation, agrément). Ils sont des outils essentiels pour les gestionnaires des réseaux de surveillance (Agence de l'eau), dans le cadre des prescriptions techniques aux prestataires opérateurs des mesures et de la bancarisation des données, ainsi que pour l'élaboration des prescriptions réglementaires (Arrêté ministériel « surveillance », en particulier).

I1 – Normalisation des protocoles de mesure hydrobiologique

Les actions de porter à normalisation ou d'élaboration des guides d'application sont programmées en fonction de l'avancement et de la stabilisation des protocoles techniques. Dans un premier temps proposées en normes expérimentales (séries XP), la plupart des normes qui ont été publiées durant les programmes antérieurs doivent maintenant être révisées et homologuées (série NF). De nouveaux champs de normalisation s'ouvrent, avec par exemple les travaux concernant les méthodes basées sur le génome (ADN Barcoding et e-ADN). Sur ce dernier sujet, une vigilance particulière doit être apportée aux travaux du WG 28 du CEN TC 230.

I1.1 Mise à jour du fascicule de documentation FD T90-728 "échantillonnage des macrophytes en plans d'eau" – INRAE

La norme XP T90-328 "échantillonnage des macrophytes en plans d'eau" a été révisée en 2020-2021 et sera publiée sous la forme d'une norme homologuée NF fin 2021. En 2021, ce travail a été poursuivi avec la mise en révision du guide d'application de cette norme (série des fascicules de documentation), afin de le mettre en conformité avec la nouvelle version de la

norme, en profitant du retour d'expérience des opérateurs. Ce travail de révision et de complément du FD sera achevé en 2022.

11.2 Elaboration du fascicule de documentation - FD- "cyanobactéries dans les comptages au sens de la norme NF EN 15204 »

La norme utilisée pour le comptage phytoplanctonique dans les suivis de surveillance environnement et santé (NF EN 15204, dite « méthode Utermöhl ») se heurte à des divergences d'interprétation pour certaines formes de cyanobactéries en amas flottants. Cet écueil constitue un handicap pour l'harmonisation des procédures d'accréditation des laboratoires. Ce problème a été soulevé par le COFRAC, dont les évaluateurs ont exprimé le besoin d'un cadrage méthodologique.

Le travail mené au sein de la commission pour argumenter de façon précise le besoin a conclu à la pertinence de compléter la norme « Utermöhl » pour son application en France par un document technique.

En 2020-21, l'élaboration de ce document a été initiée, au sein d'un groupe d'expert de la commission AFNOR T95F mis en place spécifiquement. Ce groupe est piloté par Aquaref (C. Laplace-Treyture, INRAE). Ces travaux devront s'achever courant 2022, pour un document final publié au 3^{ème} trimestre 2022.

11.3 Elaboration du fascicule de documentation – FD - NF T90-701

La norme XP T90-701 « Échantillonnage au chalut à perche des communautés de poissons dans les estuaires » a été révisée en 202-2021, et publiée sous la forme d'une norme homologuée NF en juillet 2021. Dans la continuité de ce travail de révision et d'homologation, il convient de mettre en chantier le guide d'application de cette norme. Ce travail sera mené en s'appuyant sur le même groupe d'expert que celui qui a été chargé de l'homologation de la norme, dans le cadre de la commission de normalisation T95F. Ce GE est piloté par Aquaref (M. Lepage, INRAE).

Ce travail, informellement démarré en 2021, sera réalisé en 2022. Le document final sera soumis à la commission T95F pour fin 2022.

I2 - Pilotage de la stratégie de normalisation française et participation aux travaux européens

I2.1a Mise en œuvre de la stratégie de normalisation française (pilotage de la CN T95F) – INRAE

Présidence de la CN T95F et participation aux travaux de la commission, coordination des projets de normalisation des normes de méthodes hydrobiologiques, en appui à la mise en œuvre des programmes de surveillance DCE.

I2.2 Normalisation européenne CEN TC230/WG2x – INRAE

Suivi des projets de normalisation européenne du CEN TC230/WG2x, participation aux meetings et workshops du CEN.

Communication

- Pour les travaux issus du thème I, la communication des documents produits est assurée par l'AFNOR, puisque ces travaux s'inscrivent dans le cadre du fonctionnement des institutions de normalisation. L'information sur l'avancée des travaux est relayée sur les sites d'Aquaref (aquaref.fr) et d'INRAE (hydrobio-dce.inrae.fr).
- Une communication plus large sera faite par intégration de ces travaux aux rédactionnels des actions de communication d'Aquaref (site web, « flash info »).

Valorisation et transfert :

La valorisation et le transfert aux utilisateurs des travaux de normalisation est, de fait, réalisée au fur et à mesure de l'avancée des travaux, par publication des textes normatifs par l'AFNOR. La communication est également assurée dans les différents groupes de travail ou de pilotage concernés.

2. Jalons, étapes, résultats prévus et calendrier

Le calendrier de réalisation des comptes-rendus et livrables, le cas échéant, est fonction de la date de signature de la convention de partenariat.

Jalons (J) et Résultats (R)		Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
J	Compte-rendu de réalisation et d'avancement dans le bilan annuel des actions Aquaref (le détail des travaux de la commission T95F est disponible dans les CR de cette commission et dans le bilan annuel de la commission publié par l'AFNOR)	INRAE	M+22

Indicateurs permettant d'estimer l'atteinte des objectifs du projet

Indicateur	Etablissement responsable	Date prév. (Mx en mois après la date de début du contrat)
Rapport d'activité final	INRAE	M+22

3. Perspectives du projet

La normalisation suit une logique pluriannuelle, puisque l'élaboration se fait au fur et à mesure du développement de nouveaux protocoles et de la révision des normes. Il convient donc d'inscrire ce type d'actions dans la durée, pour répondre aux objectifs de cohérence et de maintenance des référentiels techniques. De même, la participation aux travaux du CEN, au vu de l'importance stratégique que revêt la normalisation européenne pour le contexte national, doit être suivie sur le moyen terme.

4. Gouvernance

Le pilotage de l'ensemble des actions du thème I est assuré par INRAE. A ce titre,

- il anime la programmation en organisant des contacts et réunions (téléphone, visio ou présentiel) entre les différents acteurs du thème autant que de besoin,
- il participe à la gouvernance d'Aquaref sous la conduite de la Directrice de programme, afin d'assurer la cohérence avec les autres thèmes et les orientations d'Aquaref (CST, CODIR).
- il assure le suivi de l'avancement et de la finalisation des comptes-rendus d'activité et en informe le CST. La mise en œuvre du programme de travail est assurée par chacun des porteurs d'actions.
- il coordonne la valorisation des travaux du thème vers les autres thèmes Aquaref mais également vers l'extérieur.



Contacts

Lauriane Gréaud

*Directrice (par intérim) du programme scientifique et technique Aquaref
lauriane.greaud@ineris.fr*

Cécile Levasseur

*Assistante du programme Aquaref
cecile.levasseur@ineris.fr*