



**Laboratoire national de référence
pour la surveillance des milieux aquatiques**

AQUAREF

**Programme d'actions
scientifiques et techniques**

Année 2010

Version publique

8 mars 2010

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	3
AMELIORER LA QUALITE DE LA DONNEE	6
I-A-01	7
AMELIORATION DES METHODES DE PRELEVEMENTS POUR LES PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES	7
I-A-02	10
AMELIORATION DES METHODES D'ANALYSE CHIMIQUE	10
I-A-03	15
AMELIORATION DES PRATIQUES INTEGREES DES OPERATEURS EN PRELEVEMENT ET ANALYSES CHIMIQUES	15
I-A-04	25
CONSOLIDATION ET MISE AU POINT DE METHODES DE BIO-INDICATION ET TRANSFERT AUX OPERATEURS.	25
I-B-01	28
APPUI AUX DONNEURS D'ORDRE, SURVEILLANCE MILIEUX	28
I-B-02	33
APPUI AUX DONNEURS D'ORDRE, SURVEILLANCE REJETS	33
I-B-03	36
APPUI AU SIE	36
ANTICIPER LA FUTURE SURVEILLANCE	41
II-A-01	42
AMELIORATION DES CONNAISSANCES SUR LES SUBSTANCES EMERGENTES	42
II-B-01	48
DEVELOPPEMENT ET OPTIMISATION DES TECHNOLOGIES INNOVANTES DE PRELEVEMENT ET D'ANALYSE	48
INSCRIRE L'EXPERTISE FRANÇAISE DANS LE CONTEXTE EUROPEEN	54
III-A-01	55
METHODES CHIMIQUES ET BIOLOGIQUES : EXPERTISE EUROPEENNE ET NORMALISATION	55
TABLEAU RECAPITULATIF DES LIVRABLES 2010 PAR ACTION	61

Introduction

La France doit organiser la structuration du processus garantissant à long terme l'utilisation des ressources en eau.

C'est dans ce contexte que se met en place au niveau national un Système d'Information sur l'Eau, sous la coordination technique de l'ONEMA, selon le Schéma National des Données sur l'Eau (SNDE) qui organise la production et l'utilisation des connaissances nécessaires aux politiques de l'eau. L'ONEMA a également pour vocation d'organiser l'écoute des besoins des acteurs de la gestion de l'eau et, en réponse, de soutenir le renforcement de l'expertise, notamment en développant la réflexion prospective, en soutenant l'activité de groupes spécialisés techniques nationaux tels qu'AQUAREF, et en organisant un dispositif de programmation de R&D finalisée coordonné avec les agences de l'eau.

La surveillance des milieux aquatiques est une des actions clé pour l'évaluation de cette politique publique.

Pour assurer la fiabilité des données de surveillance, le consortium AQUAREF, laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques, a été créé en 2007 entre 5 partenaires fondateurs (BRGM, Cemagref, Ifremer, INERIS, LNE) à la demande de la direction de l'eau du ministère en charge de l'écologie, et a reçu le soutien de l'ONEMA pour l'exécution matérielle de la plus grande part de ses missions techniques, au travers des conventions passées avec les 5 partenaires qui constituent actuellement AQUAREF.

Après deux ans, le mode de fonctionnement d'AQUAREF a été revu à la lumière des évolutions du contexte de la surveillance de la qualité des milieux aquatiques et de la mise en place des processus répondant à la directive cadre sur l'eau et ses directives filles et aussi de l'expérience acquise lors des premiers travaux effectués par AQUAREF depuis sa création.

Les nouveaux dispositifs nationaux renforcent ce besoin puisque le Schéma national des données sur l'eau (SNDE) y intègre AQUAREF pour assister l'ONEMA dans l'élaboration des règles relatives aux processus de mesures, de prélèvement et d'analyse. Les membres d'AQUAREF sont en outre chargés d'appuyer le Sandre dans la gestion des référentiels pour les paramètres, taxons, méthodes.

Par ailleurs, le plan national d'actions contre la pollution des milieux aquatiques par les micropolluants (plan d'action du MEEDDM à paraître au cours du premier semestre 2010) place AQUAREF au cœur du dispositif de la fiabilisation des données de surveillance.

AQUAREF existe depuis 2007 et a montré depuis sa création sa capacité technique et scientifique à répondre à des questions critiques pour la surveillance des milieux aquatiques tant en chimie qu'en hydrobiologie pour satisfaire aux besoins de surveillance générés par la DCE.

La direction de l'eau et de la biodiversité du MEEDDM souhaite désormais inscrire AQUAREF dans le dispositif de surveillance de la qualité des milieux aquatiques en lui confiant des missions qui doivent répondre à 2 orientations stratégiques pour la mise en œuvre de la surveillance :

- Adéquation entre objectifs environnementaux et performances des méthodes allant de la maîtrise de leur pratique par les opérateurs de terrain jusqu'à leur exécution, d'abord pour la chimie, puis à terme pour l'hydrobiologie.

- Prospective et stratégie d'anticipation pour identifier les risques émergents et développer les outils de la surveillance future.

Ces 2 grandes orientations correspondent pour AQUAREF à 3 missions principales pour une surveillance des milieux aquatiques harmonisée en France métropolitaine et dans les DOM :

- **Elaborer des règles relatives aux processus de mesure, de prélèvement et d'analyse, approuvées par l'ONEMA, 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**

Le programme proposé pour 2010 reprend la structure proposé dans le plan stratégique 2010-2012 sans distinction des axes chimie et hydrobiologie comme par le passé.

Les travaux 2010 d'AQUAREF sont organisés pour répondre aux questions relatives à la surveillance des milieux aquatique conformément au plan stratégique 2010-2012, autour des 3 premières actions du plan qui seront dans ce programme qualifiées de domaine.

.

Le tableau ci dessous résume la structuration des actions :

DOMAINE	THEMES	Ref Action	ACTIONS
I <i>Amélioration de la qualité des données</i>	<i>A-Méthodes et amélioration des pratiques</i>	I-A-01	Amélioration des méthodes de prélèvements pour les paramètres physico-chimiques
		I-A-02	Amélioration des méthodes d'analyses chimiques
		I-A-03	Amélioration des pratiques intégrées des opérateurs en prélèvement et d'analyses chimiques
		I-A-04	Consolidation et mise au point de méthodes de bio-indication et transfert aux opérateurs.
	<i>B- Assistance aux donneurs d'ordre</i>	I-B-01	Appui aux donneurs d'ordre pour la surveillance milieu
		I-B-02	Appui aux donneurs d'ordre pour la surveillance des rejets
		I-B-03	Appui au SIE
II <i>Anticiper la future surveillance</i>	<i>A -Nouveaux paramètres</i>	II-A-01	Amélioration des connaissances sur les substances émergentes
	<i>B -Outils innovants</i>	II-B-01	Développement et optimisation de méthodes et technologies innovantes de prélèvement et d'analyse
III <i>Inscrire l'expertise française dans le contexte européen</i>	<i>A-Expertise européenne</i>	III-A-01	Méthodes chimiques et biologiques : expertise européenne et normalisation

Améliorer la qualité de la donnée

AQUAREF propose de mettre à disposition des opérateurs de terrain et des donneurs d'ordre des méthodes et des outils qui permettent d'atteindre 75 % de données exploitables fin 2012 pour éviter les zones d'incertitudes actuelles sur l'état chimique des masses d'eau.

Cet objectif, même ambitieux, ne doit pas masquer l'ensemble des efforts à développer pour la qualité des données qui servent à l'évaluation de l'état écologique. Les indices biologiques et les paramètres physico-chimiques les écosystèmes doivent aussi être mesurés par des méthodes fiables, maîtrisées, « DCE-compatibles ».

2 axes de travail sont proposés pour répondre à cette ambition : l'un tourné vers les opérateurs de terrain pour les aider dans leur démarche d'amélioration, l'autre tourné vers les donneurs d'ordre afin d'harmoniser les prescriptions techniques et apporter l'expertise nécessaire en vue de l'exploitation ultérieure des données de surveillance.

Méthodes et amélioration des pratiques

Ce thème sera soutenu en 2010 par 4 actions techniques distinguant l'amélioration des méthodes de prélèvements, des méthodes d'analyses, des pratiques de mise en œuvre (du prélèvement à l'analyse), ces 3 premières actions étant tournées vers les paramètres physico-chimiques alors que la dernière, consolidation et mise au point de méthodes de bio-indication et transfert aux opérateurs, cible les paramètres hydro-biologiques

Assistance aux donneurs d'ordre

AQUAREF propose depuis 2008 un ensemble de livrables qui répondent à un souhait d'harmonisation harmonisation des pratiques concernant les opérations techniques mises en œuvre pour la surveillance. Ce second thème, en réponse plus particulièrement aux besoins des prescripteurs, est organisé en 3 actions : surveillance du milieu, surveillance des rejets et appui au système d'information sur l'eau.

Action n°	I-A-01		
Titre	Amélioration des méthodes de prélèvements pour les paramètres physico-chimiques		
Domaine	Améliorer la qualité des données		
Thème	Méthodes et amélioration des pratiques		
Missions AQUAREF	Améliorer la connaissance de l'influence du prélèvement sur la qualité des résultats de mesure et en déduire des préconisations concernant l'harmonisation et l'amélioration des conditions de prélèvement.		
Contexte	En France, la qualité des analyses des laboratoires prestataires fait régulièrement l'objet de contrôles par l'intermédiaire d'essais inter laboratoires obligatoires. Ces essais permettent aux laboratoires d'améliorer leurs pratiques et donnent des informations très importantes sur la variabilité des données de la profession. Ces essais d'intercomparaison sont très peu répandus dans le domaine des prélèvements.		
Description	Cette action visera principalement en 2010 à poursuivre l'organisation ou l'exploitation des essais collaboratifs sur le prélèvement (plan d'eau, eau souterraine, eaux usées traitées). En parallèle, des supports de cours seront préparés afin de permettre dans les années à venir l'organisation de formations dédiées aux opérations de prélèvement. Enfin, l'impact des opérations de filtration des métaux sur site ou au laboratoire sera étudiée.		
Responsable AQUAREF	JP GHESTEM (BRGM)		
Responsable ONEMA	C JOURDAN		
Autres correspondants ONEMA et/ou AQUAREF	LNE - P. FISICARO INERIS - B LEPOT CEMAGREF - M COQUERY, JM CHOUBERT		
Acteurs externes	Agences de l'eau, préleveurs prestataires,...		
Livrables et calendrier	Nature	Utilisateur cible	Date probable de remise
	<ul style="list-style-type: none"> - Essai d'intercomparaison sur le prélèvement en eau souterraine : réunion de restitution, note de recommandations suite à l'essai (BRGM, LNE) - Rapport de l'essai d'intercomparaison sur le prélèvement en plan d'eau (INERIS, LNE) - Note de synthèse sur l'impact de la filtration sur site ou au laboratoire sur les analyses de métaux (LNE, BRGM, INERIS, CEMAGREF) - Cahier des charges pour l'organisation en 2011 d'un essai de prélèvement sur site : eaux usées traitées (INERIS, CEMAGREF) 	<i>Participants aux essais, Agences , ONEMA</i> <i>Interne Aquaref et ONEMA et DGPR pour action 2011</i>	Mars 2010 et Décembre 2010 Décembre 2010 Décembre 2010
Actions connexes	Normalisation (III-A-01) Pratiques des opérateurs (I-A-03) Appui aux donneurs d'ordre surveillance (I-B-01 et I-B-02)		

Annexe de la fiche action I-A-01

Amélioration des méthodes de prélèvements pour les paramètres physico-chimiques

Contexte

En termes de contrôle, les opérations de prélèvement ne font pas l'objet de la même attention que celles réalisées par les laboratoires. Ces derniers ont l'obligation de participer régulièrement à des campagnes d'essai inter-comparaison, sont agréés par le ministère de l'environnement et audités régulièrement par le comité français d'accréditation (COFRAC). Pour les prélèvements, il n'existe à l'heure actuelle pas de système d'agrément ni d'essais d'inter-comparaison. De plus, les documents existants décrivant les méthodes à utiliser pour les prélèvements d'eau sont nombreux et divergent parfois sur leurs contenus techniques. Il est ainsi difficile d'assurer une pratique harmonisée et fiable de ces opérations dans le cadre notamment de la mise en place de la DCE. Les étapes de prélèvement-échantillonnage sont pourtant des étapes primordiales de la surveillance. De même, la variabilité de ces opérations est également souvent « oubliée » lors de l'interprétation finale des données.

Il n'est certainement pas possible d'appliquer le même schéma d'assurance qualité aux prélèvements qu'aux analyses mais des initiatives concernant la réalisation d'essais d'intercomparaison sur site ont été prises dans les dernières années. Plusieurs essais européens d'inter-comparaison ont été initiés par le JRC en Italie (2006) et en Hongrie sur le Danube en Septembre 2008 réunissant une quinzaine de préleveurs européens (dont le BRGM et l'INERIS). En 2007 et 2009, avec le soutien des services de l'état français, des essais d'inter-comparaison sur les prélèvements en eau de surface et en eau souterraine ont été organisés par l'INERIS, LE BRGM et le LNE dans le cadre d'AQUAREF. Ces 2 essais ont apporté des informations intéressantes sur les pratiques de prélèvement des opérateurs français, sur l'impact de ces pratiques sur les résultats des mesures ainsi que sur l'estimation des incertitudes liées aux opérations d'échantillonnage. Ils ont été aussi des moments fructueux d'échanges entre prestataires, donneurs d'ordre et membres d'AQUAREF sur la thématique du prélèvement.

Objectifs

Les objectifs de cette fiche action sont de façon générale l'amélioration des méthodes d'échantillonnage dans les milieux concernés par la DCE. Depuis quelques années, cet objectif est abordé au sein d'AQUAREF notamment par la réalisation d'essais d'intercomparaison sur l'échantillonnage, ces essais étant exploités de façon qualitative et quantitative. L'exploitation qualitative permet de progresser dans la connaissance des pratiques des prestataires et dans l'identification des bonnes et mauvaises pratiques. Ces observations serviront à faire évoluer les documents normatifs et cahier des charges.

De façon plus précise en 2010 les objectifs concernent la valorisation de l'essai « eau souterraine » de 2009 et la réalisation ou la planification d'essais sur plan d'eau et eaux usées traitées. L'évaluation de l'impact de la filtration des échantillons sur site ou au laboratoire est également un objectif de cette fiche en 2010.

1 : Valorisation de l'essai prélèvement eau souterraine

En 2009, le BRGM et le LNE ont organisé un essai d'intercomparaison sur le prélèvement en eau souterraine. En 2010 il est proposé de valoriser les résultats de cet essai :

- en rédigeant une note sur des recommandations pour les opérations de prélèvement en lien avec cet essai
- en organisant une réunion de restitution de l'essai en présence des participants, des agences, de l'ONEMA, des représentants des laboratoires et des préleveurs.

2 : Impact de la filtration sur site ou au laboratoire pour l'analyse des métaux

La DCE impose pour les métaux une détermination sur la fraction eau filtrée. La pratique actuelle la plus répandue dans les laboratoires est de réaliser la filtration des échantillons au laboratoire et non sur le terrain. Pour certains types d'eau et dans certains contextes (notamment pour les eaux souterraines), on peut se demander si le résultat n'est pas affecté par le délai entre échantillonnage et filtration. Le BRGM a réalisé en juin 2009 en parallèle de l'essai intercomparaison sur le prélèvement en eau souterraine quelques essais sur ce point.

En 2010, le LNE propose avec l'INERIS le BRGM et le Cemagref de compléter ces essais y compris à d'autres types d'eaux (de surface, souterraine, plan d'eau) Pour chaque typologie, trois sites montrant des caractéristiques différentes en concentration de métaux seront choisis et pour chaque site une comparaison sera effectuée entre les résultats obtenus sur l'échantillon filtré et acidifié au moment du prélèvement (T0) et ceux obtenus sur l'échantillon filtré et acidifié au laboratoire avant l'analyse. Les analyses seront conduites sur une dizaine de métaux selon leur présence dans les sites choisis. Une réunion entre les partenaires est prévue en début 2010 afin de définir les éléments ciblés et un plan d'expérience commun.

3 : Essai plan d'eau

En 2008, l'INERIS et le LNE ont rédigé un cahier des charges pour la réalisation d'un essai inter-comparaison sur les prélèvements en lacs. Le groupe prélèvement a été élargi. Il intègre de nouveaux membres comme l'INRA de Thonon les Bains, et des membres des agences spécialisés dans le domaine des plans d'eau. Le cahier des charges a été validé en mars 2009 par ce groupe. Deux sites ont également été présélectionnés par le groupe : le « lac de Paladru » et le « lac du Bourget ». Les essais préliminaires ont été réalisés le 16 et 17 juin 2009 afin de caractériser les deux sites. L'analyse des résultats obtenus permettra à terme de ne sélectionner qu'un seul point pour réaliser l'essai inter-comparaison

L'année 2010 sera destinée à l'organisation de l'essai. La période propice retenue est le mois de juin (période de la stratification des lacs). L'objectif est de tester les protocoles utilisés par les différents préleveurs et de mesurer la variabilité des résultats qui en découle.

L'ensemble des actions engagées sur la mise en place de l'essai inter-comparaison « plan d'eau » sera discuté au sein du groupe prélèvement. Ce groupe créé à l'initiative de l'INERIS et sur demande du ministère de l'environnement en 2006 rassemble des représentants de l'Onema, des agences de l'eau, des DIREN et des associations représentant les professionnels du prélèvement.

4 : Essai prélèvements eaux usées traitées (rejet final)

L'organisation d'un essai collaboratif pour les prélèvements en rejets canalisés est très étroitement liée aux travaux dans la première tache de l'action I-B-02 et le livrable qui en découlera (protocole pour les prélèvements) servira de base de travail à l'essai sur site programmé pour 2011. Néanmoins, outre ces aspects techniques une réflexion doit être menée en commun entre l'INERIS et le Cemagref pour :

- le choix du site (sortie de STEU d'une collectivité local ou en sortie de station de site industrielle)
- les conditions techniques : quand, où, nombre de participants, etc.
- préparer les modalités pratiques pour la réalisation pratique de l'essai par l'application des protocoles découlant de l'action I-B-02.

Le tout fera l'objet d'un cahier des charges permettant la réalisation de l'essai en 2011.

Livrables et jalons 2010

1. Essai eau souterraine : réunion de restitution, note de recommandations et publication scientifique (BRGM, LNE)
2. Rapport sur l'essai plan d'eau (INERIS, LNE)
3. Note sur l'impact de la filtration sur site ou au laboratoire pour l'analyse des métaux (LNE, BRGM, INERIS, Cemagref)
4. Cahier des charges de l'essai prélèvements eaux usées traitées (INERIS, CEMAGREF)

Action n°	I-A-02		
Titre	Amélioration des méthodes d'analyse chimique		
Domaine	Améliorer la qualité des données		
Thème	Méthodes et amélioration des pratiques		
Missions	Etudier la faisabilité de la surveillance dans l'eau 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 en participant à des essais de validation.		
Contexte	La directive cadre sur l'eau impose la surveillance des substances chimiques dans les eaux, biotes et sédiments. Il existe un besoin d'amélioration pour répondre aux objectifs de surveillance aux niveaux requis par les textes réglementaires à des coûts acceptables.		
Description	Cette action vise à améliorer les méthodes, les caractériser, préparer des fiches synthétiques de méthodes analytiques quand les méthodes existent. En 2010, un effort particulier est porté sur l'analyse de certaines familles de micropolluants organiques dans les sédiments et dans le biote et sur la prise en compte des MES dans les méthodes d'analyses des eaux.		
Responsable AQUAREF	MP STRUB (INERIS)		
Responsable Onema	PF STAUB		
Autres correspondants Onema et/ou AQUAREF	INERIS : O. Aguerre-Chariol CEMAGREF : M. Coquery, N Mazzella, C Margoum, S Schiavone LNE : . B.Lalere, S. Lardy-Fontan BRGM : JP Ghestem, L Amalric (M424) IFREMER : D. Claisse		
Acteurs externes			
Livrables et calendrier	Nature	Utilisateur cible	Date probable de remise
	Pour l'ensemble des substances concernées : notes de préconisation techniques, et fiches méthodes diffusées sur le site AQUAREF. Rapports d'étape dans le cadre du Mandat M424	Site Aquaref, laboratoires prestataires ONEMA	Décembre 2010 Juin et Décembre 2010
Actions connexes	Normalisation (III-A-01) Prélèvement (I-A-01) Pratiques des opérateurs (I-A-03)		

Annexe de la fiche action I-A-02 Amélioration des méthodes d'analyses

Contexte

Les laboratoires en charge de la surveillance du milieu se trouvent confrontés à des performances des méthodes analytiques qui ne sont pas toujours compatibles avec les normes de qualité environnementales dans l'eau définies dans la circulaire MEDADT du 7 mai 2007. Au delà, les méthodes analytiques pour certains couples substances/matrices sont encore au stade de développement ou de validation par les instances normatives ou pré-normatives ; la France doit être présente en particulier lors des discussions techniques en amenant des éléments sur les méthodes et des essais de validation, autant pour défendre certaines pratiques déjà déployées en France que pour transférer aux prestataires les méthodes normalisées.

Objectifs

Deux objectifs essentiels :

- *Améliorer les méthodes d'analyses*
- *Développer les méthodes manquantes*

Il s'agit d'étudier la faisabilité de la surveillance dans l'eau, les sédiments et le biote aux niveaux requis par les textes réglementaires et à des coûts acceptables. Pour ce faire, il convient de développer, si besoin, de nouvelles méthodes ou d'adapter des méthodes existantes (ex : nouvelles méthodes d'extraction) et également de participer à des essais de validation.

Les méthodes d'analyse suivantes seront développées ou améliorées en 2010 :

1°) Dans les eaux :

- *Méthodes DCE compatibles :*

Les recommandations analytiques concernant l'analyse des substances organiques dans le cadre de la DCE sont une analyse sur l'eau brute incluant fraction dissoute et matières en suspension. Les techniques d'analyses des substances organiques sont en constante et rapide évolution. Les méthodologies utilisées par les laboratoires sont variées notamment en ce qui concerne les techniques d'extraction (extractions liquide/liquide, liquide/solide, SPME, extraction en ligne, ...). Pour certaines de ces techniques, il est pertinent de s'interroger sur la prise en compte de la totalité de l'échantillon y compris la fraction particulaire.

Cette note devra notamment s'appuyer sur une synthèse des exigences DCE et des guides d'application européens sur le sujet. La note fera également un point bibliographique sur les essais déjà réalisés sur ce thème (répartition fraction dissoute et fraction particulaire).

Cette note a donc pour objectif de faire le point en fonction des substances DCE, sur les techniques d'analyses utilisées et sur leur compatibilité avec les exigences DCE. En fonction des conclusions, des recommandations pourraient être faites soit dans le cadre de l'agrément, soit dans les cahiers des charges. La note sera préparée grâce à 2 ou 3 réunions rassemblant les organismes AQUAREF impliqués (BRGM avec contribution INERIS & LNE) ;

- *Méthodes manquantes (HAP, TBT, POC, PBDE) - Mandat M424 du CEN :*

Pour ces polluants, les méthodes et normes actuelles ne permettent pas de respecter les exigences de la directive européenne sur l'assurance qualité dans le cadre de la DCE. Le BRGM, l'INERIS et le LNE ont été choisis par le CEN pour participer au mandat relatif au développement et à la normalisation de méthodes d'analyse « DCE compatible » dont l'objectif est la recherche de méthodes robustes (applicables jusqu'à 0,5 g/l en MES : concept de l'analyse « whole water » dans lequel il n'y a pas de séparation par filtration) pour les polluants suivants : HAP, Organoétain, Pesticides organochlorés (POC) et PBDE.

Le BRGM est concerné par les POC et a été désigné comme coordonnateur de ce module (WP1). Le travail consistera à tester différentes possibilités d'améliorer les techniques d'analyse et/ou d'extraction, de valider la robustesse de ces protocoles.

L'INERIS est spécifiquement chargé de l'optimisation de la méthode analytique GC/MS² des PBDE (WP2).

Le LNE est plus particulièrement engagé dans les tâches suivantes :

WP3 Dosage des HAP dans l'eau : mise au point de méthode d'extraction pour répondre aux niveaux requis par la DCE.

WP4 Détermination du tributylétin (TBT) dans les eaux : mise au point de méthode d'extraction et de détection par ICP-MS et dilution isotopique ICP-MS.

Ce programme européen est très ambitieux. Les résultats ne pourront être livrés dans leur totalité que si le mandat est signé dans les termes financiers prévus initialement.

- Prise en compte **des matières en suspension** dans les méthodes d'analyse des eaux : dopage d'eaux « propres » par des MES puis par une famille de micropolluants ; étude du comportement de la méthode en fonction du taux de MES. Application en particulier aux nonylphénols, aux PBDE, et au phosphore (INERIS) .

- *Pesticides :*

- Comparaison de performances des techniques actuellement maîtrisées avec CG/MS², comparaison de techniques d'extraction : extraction liquide/liquide (ELL), extraction sur phase solide (SPE), micro extraction sur phase solide (SPME), micro extraction sur phase solide de l'espace de tête HS/SPME, micro extraction sur phase solide (forme disques) SDPE). Les substances considérées seront : Dichlobenil, Desethylatrazine, Desethylterbutylazine, Simazine, Atrazine, Terbutylazine, Lindane, Parathion méthyl, Heptachlor, Terbutryn, Metolachlor, Parathion, Aldrine, Pendimethaline, Heptachlor epoxide exo (isomère beta), Heptachlor epoxide endo (isomère alpha), Diflufenican, Dichlorvos, Tebutam, Carbofuran, Propazine, Terbumeton, Alachlor, Malathion, Metazachlor, Oxadiazon. (INERIS).

- Glyphosate et l'acide aminométhylphosphonique (AMPA), chlorfenvinphos, chlorpyrifos, aldicarbe, amidosulfuron : finalisation de la rédaction de la méthode « classique » par extraction sur phase solide suivie d'une quantification par LC-MS/MS en vue de sa normalisation ; développement et validation de l'extraction en ligne et analyse par LC-MS/MS dans les eaux (Cemagref).

- Recherche d'une technique adaptée à l'analyse de pesticides très polaires (familles triazoles, ammonium quaternaires et acides aminés), soit de type chromatographie ionique et spectrométrie de masse en tandem, soit avec nouvelles colonnes présentant des greffages trifonctionnels C18 ou à interaction hydrophile (LNE).

- *Nonylphénols et composés apparentés : nonylphénol (NP) / éthoxylats de nonylphénol (NPOE) / bisphénol A (BPA) / TBBPA / triclosan* : tests des possibilités de la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse (LC/MS) : en particulier, détermination de la LQ en injection directe (qui évite l'étape fastidieuse de dérivation utilisée lors du dosage par spectrométrie gazeuse). (INERIS)

Ces substances, toutes de la famille des phénols, sont largement répandues dans les produits de consommation et sont, pour certains, l'objet d'une attention médiatique particulière : le bisphénol A comme additif de certaines matières plastiques, le triclosan, très utilisé dans les produits d'hygiène corporelle et souligné dans l'étude bibliographique publiée en 2009 (<http://www.aquaref.fr/domaine/chimie/point-sur-les-residus-pharmaceutiques-et-cosmetiques-rejetes-dans-les-milieus-aquatiques>).

Les éthoxylats de nonylphénol ont encore, comme les LAS, des applications industrielles et domestiques (détergents, émulsions...). Leur caractère tensio-actif laisse supposer leur

présence dans plusieurs compartiments (eaux, boues, sédiments), où ils constituent un réservoir de nonylphénol libéré par dégradation biotique de la chaîne éthoxylée. Enfin, le tetrabromobisphénol A (TBBPA), et ses dérivés sont principalement utilisés dans l'industrie de l'électronique (principalement dans les cartes de circuits imprimés) et dans les polymères de styrène. Le TBBPA représente environ la moitié de la consommation de tous les retardateurs de flamme. Bien que non réglementé à l'heure actuelle, le TBBPA fait l'objet d'une évaluation des risques conformément au règlement (CEE) no 793/93, pour laquelle il est inscrit sur la quatrième liste prioritaire. L'autorité compétente britannique (rapporteur de ce dossier pour l'Europe) n'a, à notre connaissance, pas encore remis de rapport d'évaluation des risques pour cette substance chimique.

Sur toutes ces substances, la LC/MS² pourrait permettre un gain important en termes de LQ et de facilité de préparation de l'échantillon ; c'est pourquoi nous proposons de tester ces possibilités.

- *Substances candidates :*

Dans le cadre de la DCE fille de 2008, 13 substances sont soumises à révision pour possible identification comme substances prioritaires ou substances prioritaires dangereuses. Pour anticiper les résultats de l'examen de cette liste annoncée début 2011, les membres d'AQUAREF proposent de fournir des méthodes analytiques pour ces substances candidates. L'objectif est de mettre à la disposition des laboratoires en charge de la surveillance des milieux aquatiques, des méthodes analytiques performantes pour ces substances candidates. En effet, cette action permettra d'anticiper leur identification et leur quantification si elles sont reconnues comme faisant partie de la liste des substances prioritaires ou dangereuses prioritaires de la DCE.

- Développement analytique sur musc xylène (BRGM)
- Développement analytique sur mecoprop/bentazone dans les eaux (filtrées) par SPE/LC/MS² (LNE)
 - bentazone : herbicide de contact qui appartient à la famille des thiadiazinones,
 - mecoprop : herbicide qui appartient à la famille des aryloxyacides.

2°) Dans les sédiments et matières en suspension :

Il s'agit d'optimiser des méthodes pour des familles de micropolluants hydrophobes donc principalement accumulés dans les sédiments.

- PBDE (sédiments) : comparaison de performances des techniques « usuelles » (GC/MS et GC/MS²) avec celles de la GC couplée avec l'ICPMS. (INERIS)
- Organoétains, OTC (sédiments) : comparaison de performances des techniques « usuelles » (GC/PFPD et GC/MS) avec celles de la GC couplée avec l'ICPMS. (INERIS)
- Chloroalcanes et nonylphénols et composés éthoxylés NP10E et NP20E (sédiments) : optimisation des méthodes d'extraction et d'analyse. (INERIS)
- Pesticides (sédiments et matières en suspension) : Validation des méthodes d'analyse mettant en œuvre l'extraction par ASE et la détection par GC-MS ou LC-MSMS. Les méthodes d'analyse ont été développées en 2009 ; il s'agit en 2010 de finaliser leur validation. Les pesticides visés sont les suivants : diuron, dichloroaniline DCA, 3-(3',-dichlorophényl)-1,méthylurée DCPMU, isoproturon, azoxystrobine, tébuconazole, dimétomorphe, carbendazime, procymidone, spiroxamine, chlorfenvinphos, chlorpyrifos éthyl et méthyl, diflufenicanil, norflurazon, norflurazon deméthyl, fénitrothion, flazasulfuron et flufénoxuron. (Cemagref)

3°) Travaux bibliographiques sur les analyses de substances polluantes hydrophobes dans le biote et les sédiments (Cemagref, Ifremer) :

- Poursuivre la revue i) des méthodes de référence existantes (normes AFNOR, CEN, ISO, ou méthodes « validées » assimilées à des normes, par exemple les méthodes de référence de l'EPA, de l'Ifremer), et ii) des besoins en développement de méthodes pour l'analyse des

substances polluantes dans les sédiments et le biote. Un premier travail d'inventaire et de sélection des substances chimiques « pertinentes » de type hydrophobe, s'accumulant préférentiellement dans les sédiments ou le biote, a été réalisé en 2009. Le travail proposé en 2010 permettra de compléter l'analyse des normes/méthodes validées existantes recensées en terme de performance et de niveau de validation. L'objectif est de déterminer la liste des méthodes qui devraient faire l'objet de nouvelles validations, voir même de nouveaux développements afin de satisfaire aux critères QA/QC et de la norme AFNOR T90-210 (2009).

- Rédaction de synthèse bibliographique sur les méthodes existantes (à partir de méthodes publiées et si possible « validées » au niveau recherche) : il s'agit ici de pallier à l'absence de méthode normalisée ou de référence (pour les substances identifiées selon l'inventaire réalisé au point précédent). Ces synthèses comporteront les éléments suivants : principe de la méthode, matériel, éléments de validation et performances (LQ), références bibliographiques. (proposition : DEHP dans le biote).

Livrables et jalons :

- Analyse des eaux :
 1. Note de synthèse sur les méthodes d'analyse des substances organiques compatibles DCE (**BRGM, INERIS, LNE**)
 2. Méthodes manquantes : rapports d'étape dans le cadre du mandat M424. (**BRGM, INERIS**)
 3. Rapport sur la définition d'une méthode pour l'analyse de molécules très polaires (**LNE**).
 4. Analyse des eaux : fiches méthodes diffusées sur le site AQUAREF : Nonylphénols, musk xylènes, bentazone, mecoprop, glyphosate/AMPA par analyse en ligne. (**INERIS, BRGM, LNE, Cemagref**)
 5. Note de synthèse sur l'influence des MES sur les résultats d'analyse des eaux et propositions techniques pour leur prise en compte (**INERIS**)
- Analyse des sédiments et du biote :
 6. Validation des meilleures conditions d'extraction pour les sédiments : pesticides sélectionnés, chloroalcanes, nonylphénols (**INERIS**)
 7. Notes d'évaluation de l'applicabilité de l'ICP/MS à l'analyse des OTC et PBDE dans les sédiments (**INERIS**)
 8. Fiches méthodes pesticides dans les sédiments et les matières en suspension (**Cemagref**)
 9. Fiches de synthèse bibliographique méthodes (substances polluantes hydrophobes/matrice sélectionnées) (**Cemagref, IFREMER**)
 10. Tableau de synthèse sur les méthodes robustes existantes, avec précisions sur les performances/niveau de validation, pour l'analyse de substances pertinentes sélectionnées dans les sédiments et le biote. (**Cemagref**)

Action n°	I-A-03		
Titre	Amélioration des pratiques intégrées des opérateurs en prélèvement et analyses chimiques		
Domaine	Améliorer la qualité des données		
Thème	Méthodes et amélioration des pratiques		
Missions AQUAREF	Contribuer à l'amélioration des pratiques des opérations de prélèvements et d'analyses en mettant en œuvre les outils d'assurance et de contrôle qualité indispensables pour fiabiliser la qualité des mesures et favoriser la comparabilité des données de la surveillance des milieux aquatiques.		
Contexte	La surveillance des masses d'eau, en général, et dans le contexte de la DCE en particulier, repose sur la qualité et la comparabilité spatio-temporelle des données. Ces deux critères reposent sur la maîtrise d'un certain nombre de paramètres entre le point de prélèvement et l'analyse finale, et portent aussi sur une réelle connaissance par les laboratoires prestataires de leurs performances analytiques.		
Description	Les 5 partenaires AQUAREF se proposent d'exploiter des travaux antérieurs, et au travers de contacts et enquête auprès des intéressés, de mettre en place de nouveaux moyens d'assurance et de contrôle qualité (MR, EIL, guides, support formation) à destination des intervenants dans la chaîne de production des données pour la surveillance des masses d'eau. Ces travaux doivent couvrir l'année 2010 et sont pour certains le prolongement d'actions engagées en 2008, éventuellement poursuivies en 2009. Certains travaux 2010 se continueront dans les prochaines années.		
Responsable AQUAREF	Jacques LACHENAL		
Responsable Onema	Christian JOURDAN		
Autres correspondants Onema et/ou AQUAREF	BRGM : JP GHESTEM, L AMALRIC, G HERVOUET CEMAGREF : M COQUERY, JM CHOUBERT INERIS : B. LEPOT JY.CHATELLIER, H.BIAUDET, MP STRUB LNE : B.LALERE, S.LARDY-FONTAN, P.FISICARO, G.LABARRAQUE, R.CHAMPION ONEMA : P-F STAUB		
Livrables et calendrier	Nature (liste dans la fiche annexe)	Utilisateur cible	Date probable de remise
	<ul style="list-style-type: none"> - Essais inter-laboratoires - EIL <ul style="list-style-type: none"> HAP TBT Nutriments et chlorophylles Eaux résiduaires - Formation <ul style="list-style-type: none"> Cours d'eau Eaux souterraines Rejets - Outils de la qualité pour les prestataires <ul style="list-style-type: none"> Blancs de laboratoires Incertitudes - Travaux internationaux sur traçabilité des résultats - Expérimentation surveillance de très faibles amplitudes 	Prestataires Donneurs d'ordres, OCIL, prestataires	
Actions connexes	Prélèvement (I-A-01) Analyses (I-A-02)		

	Normalisation III-A-01
--	------------------------

Annexe de la fiche action I-A-03

Amélioration des pratiques intégrées des opérateurs en prélèvement et analyses chimiques

Contexte

Afin de remplir les conditions requises pour la surveillance de l'état des eaux de surface, des eaux souterraines et des zones protégées au sein de chaque district hydrographique en application de la Directive 2000/60/CE (DCE), il est nécessaire d'établir des programmes cohérents de surveillance de l'état écologique et chimique, puis de réaliser les mesures de ces programmes en appliquant des spécifications techniques et des normes adaptées aux objectifs de qualité environnementale de chaque substance surveillée. Les données obtenues doivent être fiables afin de pouvoir aider aux comparaisons sur l'évolution temporelle des masses d'eaux surveillées comme aux comparaisons inter bassins ou inter états membres. Pour qu'une donnée soit considérée comme fiable, il faut avoir mis en place un processus d'assurance et de contrôle de la qualité qui implique tous les intervenants de la chaîne d'obtention de la donnée, permettant de valider cette donnée avec un niveau de certitude adaptée à l'enjeu.

Les producteurs de données sont des laboratoires prestataires de prélèvements et/ou d'analyses chimiques, qui sont en général accrédités COFRAC suivant le référentiel NF EN ISO/CEI 17025 : 2005, et agréés en application de l'arrêté du 29/11/2006, qui repose sur l'accréditation précédente, via une procédure gérée par l'ONEMA/DCIE. L'obtention d'une accréditation COFRAC par un laboratoire correspond à un respect des exigences du référentiel ISO 17025, mais l'usage des incertitudes, des matériaux de référence (certifiés) [MR(C)], des essais inter-laboratoires (EIL) et des validations de méthodes qui est fait en interne et vis-à-vis des donneurs d'ordre n'est pas réellement appréhendé de la même manière d'un laboratoire à un autre.

De même, si la partie analytique a bénéficié depuis plusieurs années d'un effort considérable d'adaptation à ces exigences, il n'en est pas de même des opérations en amont de cette partie analytique : prélèvement - conditionnement - transport - conservation.

Le dispositif peut et doit être amélioré pour la partie analytique compte tenu du nombre de plus en plus conséquent de substances à analyser, et des exigences analytiques nouvelles introduites notamment par la directive européenne sur l'assurance et le contrôle qualité (QAQC).

Enfin, des premiers essais en conditions réelles sur site seront réalisés afin de tester l'applicabilité d'approches métrologiques pour les mesures de surveillance. L'objectif serait dans les années suivantes, sur des cas ciblés à enjeux en termes de substances et d'impacts environnementaux, de mettre en place des suivis présentant une qualité métrologique supérieure aux suivis traditionnels (incertitudes plus faibles). Ces approches si elles se révèlent réalisables permettraient en raison d'incertitudes plus faibles d'identifier de façon fiable et plus précoce des tendances d'évolution de concentrations de différents paramètres (effets de programmes de mesures, évaluation des tendances pour les eaux souterraines, impacts changement climatique,)

Objectifs

Les objectifs sont multiples car ils doivent prendre en compte les différentes thématiques du référentiel ISO 17025 pour lesquelles des difficultés d'interprétation ou d'application existent. Pour les substances et les matrices qui font l'objet de la surveillance, et lorsque cela est envisageable techniquement, il est proposé de :

- mettre à disposition de l'information sur les méthodes robustes et validées pour une gamme de concentration prenant en compte la norme de qualité environnementale (NQE) lorsqu'elle est fixée, ou à défaut une concentration supérieure à la limite de quantification de la méthode ;

- concevoir, valider (éventuellement certifier) et mettre à disposition des matériaux de référence (MR, MRC) ;
- proposer, organiser, fournir la valeur de référence d'essais inter-laboratoires (EIL) ;
- expliquer et diffuser les notions indispensables à la détermination du calcul de l'incertitude attachée à chaque résultat ;
- analyser les données historiques pour l'identification d'effets laboratoires ;
- évaluer par enquête les capacités réelles des laboratoires à appliquer les exigences de qualité des directives DCE et QAQC (LQ, blancs, EIL, etc).
- préparer une surveillance précoce des variations de composition chimique par une très grande maîtrise des paramètres physico-chimiques (au stade étude de faisabilité).

1°) Surveillance des milieux : acquisition de connaissances (états des lieux, organisation d'EIL)

1.1 Sur les substances de la DCE :

- L'état des lieux réalisé en 2009 sur les masses d'eau pour les 41 substances de la DCE semble mettre en évidence un effet laboratoire au moins pour certains HAP, DEHP, TBT, PCB.

Cet éventuel effet devra être démontré par une analyse plus poussée au niveau national réalisé par l'INERIS début 2010. A l'issue de cette analyse, une enquête sera lancée auprès des différents prestataires des agences de l'eau afin de connaître précisément les processus d'analyse mis en œuvre sur 5 substances sélectionnées (visite des labos ou autre moyen). En parallèle, l'INERIS se propose de corréliser les difficultés observées dans les laboratoires prestataires avec les résultats des EIL. A l'issue des différentes approches (enquête dans les laboratoires et résultats des EIL), des propositions d'amélioration seront adressées et évaluées par le biais d'un EIL.

Compte tenu des délais nécessaires à l'organisation d'un EIL, des résultats de l'état chimique des masses d'eau et de l'observation de l'effet laboratoire noté par certaines agences de l'eau pour les HAP, un EIL sera organisé sur certains HAP ciblés. Il intégrera les propositions d'amélioration. Il sera joint à cet EIL une solution étalon de référence (certifiée). L'exploitation des résultats sera conduite de la façon suivante :

- Solution étalon de référence : la valeur assignée sera la valeur de référence
- Eaux naturelles : la valeur assignée sera la valeur consensuelle issue de l'ensemble des laboratoires.

Livrable 1 (INERIS)

- Collaboration avec les organisateurs d'essais inter-laboratoires français (OCIL)

Une réflexion sera engagée avec les organisateurs d'essais inter-laboratoires français (BIPEA et AGLAE) en vue de collaborer sur des sujets communs liés aux substances de la DCE (transfert de faisabilité d'essais inter-laboratoires vers les organisateurs d'essais français, intégration de sujets spécifiques DCE dans leur programme d'essais, discussion sur les niveaux de concentrations visés/type de matrice,...). (INERIS, BRGM, LNE). Au moins 2 réunions sont prévues courant 2010 avec les OCIL français.

Livrable 2 : AQUAREF

- Dans le cadre d'un EIL sur le tributylétain (TBT) dans une eau naturelle organisé par un des OCILs français, le LNE apportera son savoir faire métrologique en fournissant :
 - des solutions de référence pour les molécules TBT afin d'assurer un raccordement entre les différents laboratoires participants ;
 - la valeur de référence de l'EIL.

Grâce à son expertise en métrologie chimique (raccordement, traçabilité métrologique) et en développement de méthodes analytiques, le LNE participera à l'exploitation des résultats obtenus à l'issue de cet essai afin de proposer des éléments d'amélioration.

Livrable 3 : LNE

- EIL métaux sur eaux résiduaires

Les laboratoires d'analyse sont amenés à analyser les métaux dans les eaux résiduaires de sortie de STEU et d'installations industrielles. Ces analyses sont difficiles en raison de la présence de matières en suspension (MES) et de matrices souvent complexes. En général, les laboratoires suivent les normes NF EN ISO 15587-1 et -2 qui préconisent, une minéralisation de l'eau résiduaire pour l'analyse des métaux.

En 2006 le LNE a lancé un programme de R&D en vue d'évaluer la faisabilité de produire un MRC eaux résiduaires, notamment sur sa stabilité à moyen terme après irradiation γ en étudiant les phénomènes d'adsorption des métaux dissous sur les MES. Les résultats sont apparus encourageants pour pouvoir poursuivre éventuellement ces travaux vers la production d'un tel matériau.

Actuellement les laboratoires participent à des essais d'aptitude afin d'évaluer leur performance analytique. Des campagnes sont organisées en France sur des eaux résiduaires, mais généralement à des niveaux de dopage trop élevés, et dans des eaux trop peu chargées en MES et matières organiques par rapport à la réalité du terrain.

Le LNE propose, en collaboration avec un organisateur d'essais d'aptitude (OCILs français), de mener un essai d'aptitude sur une eau résiduaire faiblement dopée en métaux en fournissant des valeurs de référence obtenues par dilution isotopique reconnue comme méthode à caractère primaire. Les valeurs de référence pourraient être fournies pour les métaux polluants prioritaires mentionnés par la DCE, à savoir le Cd, le Ni, le Pb et le Hg.

Livrable 4 : LNE

1.2 Sur les conditions de transfert des prélèvements vers les laboratoires d'analyses

L'INERIS propose d'engager une réflexion sur la faisabilité du suivi thermique des échantillons d'eaux pour les paramètres organiques et physiques. En premier lieu, un état des lieux, des différents moyens assurant la traçabilité de la chaîne de froid, sera engagé. A l'issue de cette étude, l'INERIS propose de les évaluer par le biais des essais inter-laboratoires organisés en 2010 sur les substances de la DCE ou par tout autre moyen. Les résultats de cette étude viendraient étoffer le cahier des charges commun agence de l'eau sur le point : transport et conservation des échantillons avant analyse, ainsi que dans les modules de formation à venir. Les précisions sur les conditions de transport feront l'objet de nouvelles versions des fiches substances.

Livrable 5: INERIS

2°) Valorisation des acquis (formation)

2.1 Cahier des charges pour la réalisation d'une formation à l'analyse des organo-étains et phtalates suite aux constats EIL 2008

Les essais inter-laboratoires mis en œuvre sur les organo-étains et phtalates montrent un certain manque de maîtrise des laboratoires (rapport téléchargeable sur le site EIL.INERIS)

http://www.ineris.fr/eil/documents/2008/R_09_95687_06802B_OTC_final.pdf,

http://www.ineris.fr/eil/documents/2008/R_09_06768B_phtalates_complet.pdf

Compte tenu des constats suite à ces essais, L'INERIS propose d'élaborer pour 2010 un cahier des charges pour mettre en œuvre en 2011 sur ces deux familles (phtalates et OTC) une formation technique à destination des opérateurs des laboratoires d'analyse.

La définition du cahier des charges OTC s'appuiera sur les constats de l'EIL OTC 2008 et sur les travaux engagés sur cette substance en 2010 à savoir l'état des lieux, les résultats des enquêtes ou des visites de laboratoires, les préconisations d'amélioration ainsi que les résultats de l'EIL réalisé en 2010. Ceci impliquera également en 2010 la recherche de partenaires démontrant une excellente maîtrise de ces protocoles analytiques sur de grandes séries (laboratoires universitaires, instituts publics français ou étrangers pouvant intervenir en langue française, par exemple), et le montage de la formation.

Livrable 6 : INERIS

2.2 Réalisation d'une formation sur le prélèvement dans les eaux naturelles

Comme l'a démontré l'essai collaboratif sur rivières en 2007, il convient de tendre également à l'amélioration des pratiques de prélèvement. Pour ce faire, une formation qualifiante débouchant sur une reconnaissance de compétence sera déployée en 2010 sur la base du cahier des charges élaboré en 2009 en collaboration avec le BRGM pour les aspects théoriques de la formation.

Livrable 7: INERIS - BRGM

2.3 Préparation d'un support de formation sur l'échantillonnage dans les eaux souterraines

Le BRGM propose de préparer un module de formation à l'échantillonnage en eau souterraine spécialement orienté vers la surveillance DCE. Cette formation pourrait contribuer à l'amélioration et à l'harmonisation des pratiques dans le domaine. Le cadre de l'organisation des futures formations restera à préciser en concertation avec l'ONEMA. Un module similaire concernant les cours d'eaux de surface étant proposé dès 2010 par l'INERIS, ces deux modules seront harmonisés sur certains des aspects suivants : objectifs de l'échantillonnage, matériel et techniques utilisés, rappel généraux sur les eaux souterraines, les différents types d'ouvrage ou de site, les exigences DCE, les référentiels normatifs et guides, l'assurance et le contrôle qualité, les échanges commanditaires - préleveurs - laboratoires, EDILABO, application sur site,

Livrable 8 : BRGM

2.4 Support de cours de formation sur le prélèvement dans les eaux de rejet

Le Cemagref dans le cadre des actions en support aux donneurs d'ordre sur la partie surveillance des rejets (Cf. fiche action I-B-02) préparera un plan détaillé de support de cours en vue de la formation des opérateurs de terrain pour la mesure des micropolluants en assainissement (proposition d'une 1ère version).

Livrable 9 : Cemagref

3°) Evaluation des capacités réelles des laboratoires d'analyses à appliquer les exigences en contrôles qualité des nouvelles directives

3.1 Enquête sur les blancs de laboratoire

Le LNE propose de relancer l'enquête initiée en 2009 auprès des laboratoires prestataires d'analyse français qui réalisent des analyses de substances à l'état de trace afin d'évaluer leurs pratiques générales face à la problématique du contrôle des blancs de laboratoire. L'enquête, orientée sur les molécules organiques, s'est focalisée également sur certains points spécifiques concernant 5 classes de molécules DCE : les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), les polybromodiphényléthers (PBDE), les phtalates, les pesticides organochlorés et des perturbateurs endocriniens, alkylphénols et bisphénol A.

Les membres d'AQUAREF proposent de retravailler le questionnaire à partir de leur expertise sur ce type d'analyses et de contrôles qualité, avant de relancer l'enquête aux laboratoires.

Livrable 10 : LNE

3.2 Fourniture d'outils opérationnels aux opérateurs de terrain

En 2009, le LNE, via ses compétences en métrologie et les formations délivrées à de nombreux clients, a observé un fort besoin de fascicules pratiques et abordables pour les laboratoires d'analyse prestataires. La rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude, en fractionnant les guides selon les différentes étapes du prélèvement, de la mesure des paramètres physico-chimiques sur site et de l'analyse au laboratoire est apparue nécessaire. Dans un premier temps, il sera judicieux d'offrir un **premier guide « Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des paramètres entrant dans l'analyse de l'eau »** qui permettra de bien positionner les « notions de base » nécessaires à l'évaluation des incertitudes : vocabulaire, définitions et concepts, la démarche, la modélisation et les outils statistiques. Il sera basé sur des documents existants issus des travaux du programme européen METROPOLIS et des travaux de normalisation (norme NFT 90-220, en cours de révision, travaux européen sur le sujet).

Un **deuxième guide** sera proposé également en 2010 : « **Protocole pour l'évaluation de l'incertitude et recommandations pour l'étalonnage d'équipements de mesure du pH sur site** ». Le choix du pH comme premier paramètre physico-chimique est basé sur la grande disponibilité de données notamment les derniers essais sur sites d'AQUAREF (*essais collaboratifs prélèvements de 2007 -eaux de surface- et 2009 -eaux souterraines*).

Livrable 11 : LNE

3.3. Participation aux travaux internationaux sur la traçabilité des résultats des mesures

Le LNE, en tant qu'Institut National de Métrologie (INM), participe régulièrement à des comparaisons internationales organisées par le BIPM ou par EURAMET pour établir des valeurs et des méthodes de références raccordées au système international et à ce titre pourra mettre à disposition quelques livrables pouvant être utilisés pour la surveillance des milieux aquatiques.

Le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), implanté à Sèvres (92) près de Paris, a pour mission d'assurer l'uniformité des mesures et leur traçabilité au système international (SI). Aux termes de la Convention du Mètre - traité diplomatique conclu entre 53 états - le BIPM fonctionne sous la surveillance exclusive du Comité International des Poids et Mesures (CIPM), lui-même sous l'autorité de la Conférence Générale des Poids et Mesures (CGPM), qui élit les membres du CIPM et organise une réunion périodique avec les représentants des gouvernements des 53 états membres. Le CIPM a créé des Comités Consultatifs qui

rassemblent les experts mondiaux dans des domaines particuliers, pour le conseiller sur les questions scientifiques et techniques.

Le Comité Consultatif pour la Quantité de Matière (CCQM) est l'un des ces comités. Les comparaisons internationales qu'il organise sont codées sous ce sigle avec un numéro d'ordre (ex : K70 ; P107). (Pour en savoir plus, consulter le site du bipm.org).

EURAMET e.V. (EUROpean Association of national METrology institutes - NMI) est une organisation, officiellement créée le 11/01/2007. EURAMET comprend les laboratoires nationaux de métrologie (INM) des pays de l'Union Européenne élargie (33 pays), ceux de l'association européenne de libre échange (AELE) et le Joint Research Centre - JRC - laboratoire de la Commission des communautés européennes, mais également d'états qui souhaitent entrer dans l'union Européenne (Turquie , Serbie). (Pour en savoir plus, consulter le site metrologie-francaise.fr/..../euramet.asp).

Ces travaux ont pour finalité de comparer les capacités analytiques des instituts nationaux de métrologie pour des couples substances+matrices très ciblées, ou pour des mesures primaires, qui feront l'objet de déclaration de Calibration Measurement Capabilities (CMC). Ces dernières démontrent la validation de la méthode employée par l'INM, le niveau d'incertitude atteint. Ces informations permettent une comparaison des compétences des INM entre eux.

Dosage du mercure à la concentration de la NQE dans une eau naturelle : depuis deux exercices entre INM, des variations de la concentration préparée sont apparues après sa distribution aux laboratoires participants à l'EIL, pouvant être considérées comme un défaut de stabilité chimique de la préparation. Un nouveau mode de préparation a été étudié afin de refaire l'EIL sur le dosage du mercure dans une eau naturelle, à la valeur NQE de la DCE. Le LNE se propose de réaliser le transfert des résultats obtenus lors de ce nouvel EIL qui devrait valider le nouveau mode de préparation qui a été retenu pour le mercure à très faible concentration.

Livraison 12 : LNE

Mesure primaire du pH : entre INM, un certain décalage sur plusieurs années a été constaté entre les comparaisons internationales de la mesure primaire du pH. Un travail destiné à déterminer les facteurs d'influence et à y remédier est réalisé à partir des retours d'expérience des participants aux EIL précédents. Le LNE se propose de communiquer sur ce retour d'expérience et sur les actions correctrices qu'il aura initié au niveau des pratiques de mesure primaire du pH.

Livraison 13: LNE

Dispositif européen de traçabilité des analyses des substances de la DCE : depuis 2007, un projet de constituer un dispositif européen de traçabilité de telles analyses est en développement (expérimentation avec les 4 métaux de la DCE) . Ce dispositif est basé sur le raccordement des mesures entre 3 niveaux de compétence : les INM, un niveau intermédiaire de compétence analytique représenté par des laboratoires de référence et les laboratoires prestataires. La dernière étape concernant l'aptitude entre le niveau intermédiaire et les laboratoires prestataires vient de s'achever. Le LNE se propose de faire le bilan de ce dispositif qui viendra compléter des informations antérieures sur les étapes précédentes. (cf rapports précédents au titre conventions ONEMA-LNE 2008 et 2009).

Livraison 14 : LNE

4°) Obtention de données de haute fiabilité pour anticipation de la variation de la composition chimique d'un milieu dit stable

- Approche métrologique pour le suivi de paramètres physico chimiques sur une nappe d'eau souterraine avec incertitude faible et maîtrisée (BRGM, LNE)

Dans les programmes de surveillance classique des eaux souterraines, un grand nombre de paramètres physico-chimiques sont mesurés et analysés. Compte tenu des objectifs fixés, les incertitudes rapportées par les laboratoires paraissent la plupart du temps suffisantes au regard des objectifs fixés. Dans l'objectif de détecter rapidement et de façon fiable de faibles variations de composition ou de qualité du milieu, ces données se révèlent souvent insuffisantes.

L'objectif de cette tâche est, en partenariat avec le LNE et après sélection par les équipes thématiques du BRGM de 2-3 paramètres physico-chimiques et d'un site pertinents, de proposer un protocole basé sur une approche métrologique rigoureuse, qui permettrait d'acquérir des données de plus haute qualité que les données habituelles. Ce protocole sera testé sur un cas réel plusieurs fois dans l'année afin de quantifier les plus faibles variations observables dans l'hypothèse de stabilité du milieu (site à choisir en conséquence). Dans le futur, si une telle approche pouvait se généraliser notamment à des paramètres chimiques tels que les pesticides ou les métaux, ces données pourraient servir de données de référence et permettrait d'identifier plus précocement des évolutions de la composition ou qualité globale du milieu (effets de programmes de mesures, évaluation des tendances pour les eaux souterraines, impacts changement climatique,)

Le BRGM sera en charge de cette action et sera notamment responsable du choix du site et des paramètres représentatifs du milieu, ainsi que des protocoles de prélèvement. Le LNE contribuera à la mise en place du protocole métrologique pour les paramètres choisis.

Le protocole sera préparé par les experts du BRGM et ceux du LNE. Un plan d'expérience sera mis en place afin de prendre en compte toutes les variables.

Livrable 15 (BRGM-LNE)

Livrables et jalons :

- 1- Rapport essai inter-laboratoires HAP et note synthétique (**INERIS**)
- 2- Note synthétique sur la collaboration Organisateur d'essais inter-laboratoires(OCIL)-AQUAREF (AQUAREF)
- 3- Rapport (avec notes de synthèse associées) sur l'essai TBT organisé par un OCIL et valeur ajoutée des solutions de référence (**LNE**)
- 4- Rapport de synthèse sur les résultats de l'essai d'aptitude métaux dans les eaux résiduaires (**LNE**).
- 5- Révision des fiches « substance » pour y incorporer les éléments pertinents de traçage de la chaîne du froid pour les paramètres organiques et physiques (**INERIS**)
- 6- Cahier des charges d'une formation technique à mettre en œuvre en 2011 sur les familles [phtalates et organo-étains] (**INERIS**)
- 7- Formation qualifiante des préleveurs : 1 session de validation à destination des commanditaires et une session à destination des structures de prélèvement (**INERIS, BRGM** pour participation à la conception de la partie théorique)
- 8- Cahier des charges d'une formation prélèvement des eaux souterraines (**BRGM**)
- 9- Première version d'un cahier des charges d'une formation prélèvements des eaux en rejets canalisés (**Cemagref**)
- 10- Rapport sur l'enquête sur la pratique des blancs pour 5 classes de molécules organiques : note résumant les résultats d'une enquête conduite auprès de laboratoires concernés, leur interprétation et proposition d'axes d'amélioration pour harmoniser les pratiques. (**LNE**)
- 11- Elaboration de guides pratiques de calcul des incertitudes : Tome 1 : Aspects généraux communs à tous les calculs ; Tome 2 : Application à la mesure du pH sur site, retour d'expérience des essais collaboratifs prélèvements. (**LNE**)
- 12- Synthèse du rapport (version 1) sur l'EIL international du dosage du mercure dans une eau naturelle à la NQE de la DCE, puis publication des CMC correspondantes (**LNE**)
- 13- Synthèse du rapport (version 1) sur le retour d'expérience des pratiques des mesures primaires de pH et rapport final ou article revue métrologie (**LNE**)
- 14- Rapport sur l'étape N°3 décrivant le raccordement entre laboratoires prestataires et laboratoires de référence, dans le cadre d'un dispositif européen de traçabilité des substances de la DCE (**LNE**)
- 15- Rapport sur la faisabilité d'une approche métrologique pour le suivi de paramètres physico-chimiques sur une nappe d'eau souterraine (protocole, résultats des tests réels) (**BRGM, LNE**).

Action n°	I-A-04		
Titre	Consolidation et mise au point de méthodes de bio-indication et transfert aux opérateurs.		
Domaine	Améliorer la qualité des données		
Thème	Méthodes et amélioration des pratiques		
Missions AQUAREF	Assurer le transfert opérationnel des méthodes mises au point vers les opérateurs chargés de la production des données, définir l'encadrement technique et qualitatif.		
Contexte	Assurer l'application et l'encadrement de la mise en œuvre des méthodes d'évaluation hydrobiologique compatibles avec les prescriptions DCE.		
Description	<ul style="list-style-type: none"> - Développement et maintenance des protocoles techniques pour les méthodes hydrobiologiques DCE, - Réalisation de documents et d'actions d'encadrement (guides d'application, notes techniques, formations professionnelles), - Contribution à la mise en place de la démarche qualité en hydrobiologie, - Contribution au développement des outils de saisie et de bancarisation des données hydrobiologiques. 		
Responsable AQUAREF	Christian CHAUVIN		
Responsable Onema	Yorick REYJOL		
Autres correspondants Onema et/ou AQUAREF	V. Archambault, J. Rosebery, C. Laplace-Treyture, V. Bertrin, V. Bouju (CEMAGREF), L. Miossec, H. Grossel (IFREMER).		
Livrables et calendrier	Nature	Utilisateur cible	Date probable de remise
	<ul style="list-style-type: none"> • Guide méthodologique pour l'application de l'IBD 2007 (version finale), • Guide d'aide à l'identification taxonomique des macrophytes (algues), • Identification des documents à mettre en chantier et des formations à prévoir (compléments), • Projets soumis à la normalisation - documents de travail des GT ad'hoc, documents de travail de la CN AFNOR (macrophytes plans d'eau, échantillonnage phytoplancton, échantillonnage poissons en estuaires), • Formation des opérateurs (stages), • Mise à disposition des documents méthodologiques et de formation (suites), selon moyens adaptés à chaque action. • Notes techniques et compte-rendu des réunions des groupes ad hoc (normalisation, démarche qualité, bancarisation). 	Opérateurs	Décembre 2010
Actions connexes	Normalisation III-A-01		

Annexe de la fiche action I-A-04 Consolidation et mise au point de méthodes de bio-indication et transfert aux opérateurs.

Contexte

Pour répondre aux besoins de la mise en œuvre de la DCE, le développement des méthodes de mesure hydrobiologique (adaptation et mise au point de méthodes nouvelles) a été initié dès 2006. Ces actions, prévues sur plusieurs années, se poursuivent et s'organisent dans le cadre des missions d'Aquaref depuis 2007. Ces missions concernent en particulier l'encadrement technique nécessaire pour garantir une mise en œuvre cohérente à l'échelle des réseaux de mesures nationaux. Il s'agit donc de concevoir les documents et formations nécessaires, et d'en assurer la diffusion auprès des opérateurs. Il s'agit également de compléter les outils de démarche qualité et de normalisation dans le domaine des mesures hydrobiologiques.

Objectifs

1. Finalisation du protocole d'échantillonnage des invertébrés en grands cours d'eau.

En complément du nouveau protocole proposé en 2008 pour une application dans le cadre du RCS, l'échantillonnage des invertébrés en grands cours d'eau a été redéfini en 2009, en conformité avec les travaux des groupes européens (cross-GIG). La formalisation du nouveau protocole sera finalisée, par le groupe de travail mis en place fin 2009 (coordination : V. Archambault).

2. Développement et encadrement du protocole Diatomées en rivière

Pour les Diatomées, la version test du guide utilisateur IBD 2007 (taxonomie) a été mise à disposition en 2009. Pour cette action, le programme 2010 correspond à la synthèse des retours de test et à la livraison du document complet final.

3. Développement et encadrement du protocole Macrophytes en rivière

Pour les Macrophytes, l'IBMR sera développé sur la base des données RR acquises de 2005 à 2008 et des données 2008 (bancaisation complète de ces données prévue début 2010). Il s'agira d'affiner les valeurs de référence et de classification (versions actuelles provisoires, pour une utilisation « de travail » dans les GIG), ainsi que tester les voies d'évolutions vers une approche multimétrique, en particulier sur les thèmes de la réponse aux caractéristiques physiques et pour l'évaluation des grands cours d'eau. Le guide méthodologique encadrant l'application de la norme sera finalisé en tant que document normatif et publié à l'AFNOR (série GA). Les actions de formations seront poursuivies (Agrocampus Ouest et ONEMA).

Les outils d'application seront complétés en 2010 par la réalisation de documents de détermination cohérents avec les nouveaux protocoles :

- Guide phanérogames (évaluation de la faisabilité et démarrage le cas échéant du complément à la clé de J. Barbe)
- Complément et réédition du guide de détermination des algues macroscopiques d'eaux douces.

4. Normalisation du protocole « poissons estuariers »

A partir des protocoles développés par le Cemagref de Bordeaux, un texte sera élaboré, dans l'objectif de proposer un document à la normalisation nationale. Ce document doit être soumis à la commission de normalisation AFNOR mi-2010 (coordinateur : V. Bouju, Cemagref).

5. Développement méthodologique « échantillonnage du phytoplancton »

La réflexion initiée en 2009 concernant un protocole homogénéisé d'échantillonnage du phytoplancton sera poursuivie. Elle porte sur la mise au point d'un document susceptible d'être proposé à la normalisation nationale (groupe de travail AFNOR, coordination C. Laplace-Treytore). Ce travail doit permettre de préciser les prescriptions d'échantillonnage, de cet élément dans les deux catégories d'eau de surface où il est requis par la DCE (lacs et grands cours d'eau), et de disposer pour 2011 d'un texte normatif expérimental français.

6. Démarche qualité en hydrobiologie

Les éléments d'une démarche qualité applicable aux mesures hydrobiologiques sont discutés dans le groupe de travail mis en place à cet effet en 2008 (groupe Aquaref / GNQE). Ce travail, dont la première phase se termine en 2009, sera poursuivi par la synthèse de l'état des lieux établi en 2008-2009 et la formalisation des prescriptions de démarche-qualité et de la réflexion concernant l'accréditation (réflexion conjointe avec le COFRAC).

7. Evaluation des incertitudes des mesures hydrobiologiques

Le développement des méthodes de mesure hydrobiologiques (échantillonnage, traitement en laboratoire, validation de listes) sera complété par un travail visant à évaluer l'incertitude liée à ces mesures. En 2010, deux éléments biologiques seront concernés :

- les invertébrés : programme de comparaison initié en 2009 (échantillonnage), poursuivi en 2010 (traitement des échantillons et des résultats). Collaboration Cemagref (V. Archaimbault) - DIRENS
- les diatomées : traitement statistique des résultats d'intercomparaison laboratoires (sur base des données DIRENS). Définition de l'incertitude d'échantillonnage et de traitement laboratoire sur le résultat final (listes floristiques et note IBD).

• Livrables et jalons :

- 1- Guide méthodologique pour l'application de l'IBD 2007 (version finale),
- 2- Guide d'aide à l'identification taxonomique des macrophytes (algues),
- 3- Identification des documents à mettre en chantier et des formations à prévoir (compléments),
- 4- Projets soumis à la normalisation - documents de travail des GT ad'hoc, documents de travail de la CN AFNOR (macrophytes plans d'eau, échantillonnage phytoplancton, échantillonnage poissons en estuaires),
- 5- Formation des opérateurs (stages),
- 6- Mise à disposition des documents méthodologiques et de formation (suites), selon moyens adaptés à chaque action.
- 7- Notes techniques et compte-rendu des réunions des groupes ad hoc (normalisation, démarche qualité, bancarisation).

Action n°	I-B-01		
Titre	Appui aux donneurs d'ordre, surveillance milieu		
Domaine	Amélioration de la qualité des données		
Thème	Appui aux donneurs d'ordre		
Missions AQUAREF	Participer à l'harmonisation des prescriptions techniques des cahiers des charges rédigés par les donneurs d'ordre pour les laboratoires d'analyse et appuyer les donneurs d'ordre pour la conception et la gestion des réseaux de surveillance.		
Contexte	Les analyses et prélèvements des campagnes de surveillance DCE sont effectués par des laboratoires prestataires sur la base de réponse à appel d'offres. Les prescriptions techniques sont décrites par les donneurs d'ordre dans des cahiers des charges dont les contenus doivent être harmonisés.		
Description	L'action vise à apporter aux donneurs d'ordre des informations pertinentes pour la mise en place des programmes de surveillance ainsi qu'à les aider à harmoniser les prescriptions techniques des cahiers des charges. Plus spécifiquement en 2010, il s'agira de poursuivre la rédaction des « fiches substances », de poursuivre l'appui aux agences de l'eau sur les aspects d'évaluation des réponses à appels d'offre, d'effectuer une synthèse des documents et guides européens relatifs à la DCE concernant l'échantillonnage et l'analyse, et enfin de participer conformément aux directives de l'ONEMA aux visites de contrôle des laboratoires agréés.		
Responsable AQUAREF	JP GHESTEM (BRGM) MP STRUB (INERIS)		
Responsable ONEMA	C JOURDAN		
Autres correspondants ONEMA et/ou BRGM	LNE - J LACHENAL, B.LALERE CEMAGREF – P LEPIMPEC, M COQUERY INERIS : B.LEPOT		
Acteurs externes	Agences de l'eau , MEEDDM		
Livrables et calendrier	Nature	Utilisateur cible	Date probable de remise
	<ul style="list-style-type: none"> 13 fiches substances (INERIS, BRGM, Cemagref) CDC et support d'évaluation des réponses à appels d'offre actualisés (INERIS, BRGM) Synthèse sur les recommandations des guides européens DCE concernant l'échantillonnage et l'analyse (INERIS, LNE, BRGM) Visites de laboratoires dans le cadre de l'agrément du ministère de l'environnement (INERIS, BRGM, LNE, CEMAGREF,) Compléments sédiments/biote (Cemagref) 		31/12/2010
Actions connexes	Prélèvement (I-A-01) Pratiques des opérateurs (I-A-03)		

Annexe de la fiche action I-B-01

Appui aux donneurs d'ordre, surveillance milieux

Contexte et objectifs

Les analyses et prélèvements des campagnes de surveillance DCE sont effectués par des laboratoires prestataires sur la base de réponse à appel d'offres. Les prescriptions techniques sont décrites par les donneurs d'ordre dans des cahiers des charges dont les contenus doivent être harmonisés.

AQUAREF se propose d'appuyer techniquement les donneurs d'ordre dans la préparation et l'exploitation de ces appels d'offre.

En 2010, cet appui inclura :

- la poursuite de la rédaction de « fiches substances » qui offrent notamment, par substance une synthèse sur les méthodes d'analyses existantes et sur leurs performances.
- La synthèse d'exigences analytiques issue de documents européens afin de faciliter les rédactions de documents réglementaires nationaux ou de cahiers des charges.
- Une aide aux agences de l'eau notamment dans l'exploitation des offres des prestataires
- La réalisation de visite de laboratoires dans le cadre de l'agrément du Ministère chargé de l'Environnement.

1-Fiches substances (INERIS, BRGM, CEMAGREF)

Ces fiches présentent l'ensemble des méthodes de préparation et d'analyses existantes et utilisées couramment. Les performances en termes de LQ et d'incertitudes de mesure sont stipulées et un avis AQUAREF est fourni sur le respect possible ou non de cette technique par rapport aux exigences NQE. Elles sont destinées en priorité aux agences de l'eau pour la sélection de leurs prestataires pour les 41 substances dans le respect des exigences de la directive QA/QC. En 2010, 13 nouvelles fiches substances seront proposées. Le tableau présenté à la fin de la présente fiche montre l'ensemble des substances qui feront l'objet d'une fiche à l'issue de l'exercice 2010.

Livrable 1

2- Synthèse des exigences analytiques des guides et directives DCE (LNE, BRGM, INERIS)

Afin d'appuyer les donneurs d'ordre dans leur politique de surveillance des eaux et de façon plus précise d'élaboration des cahiers des charges et des textes réglementaires, AQUAREF se propose de synthétiser en langue française les exigences ou recommandations des textes européens (directives, SW guidance, GW guidance, ...) concernant l'analyse chimique et les aspects qui lui sont liées (échantillonnage, analyse, exigences de performance, fractions analysées, ...). Ce travail est très important afin de soutenir les réflexions déjà en cours dans les GT animés par DEB et ONEMA en charge de la transposition des textes actuels mais qui doivent également préparer l'échéance 2012.

En 2010, une première action sera effectuée par le LNE sur un ou deux guides, choisis en accord avec l'ONEMA. Le BRGM et l'INERIS apporteront leur compétence sur le document produit.

Livrable 2

3- Prescriptions techniques et exploitation des offres (INERIS, LNE, BRGM, Cemagref)

Au cours de l'année 2009, l'exploitation des différents types de cahiers des charges agences de l'eau a permis de dresser un socle de prescriptions techniques harmonisées pour les eaux superficielles continentales(excluant pour le moment le compartiment sédimentaire).

L'année 2010 permettra de compléter les points sensibles identifiés et pour lesquels un consensus de l'ensemble des professionnels du prélèvement est indispensable. Les points identifiés concernent la filtration sur site ou au laboratoire, la conservation des échantillons pendant le transport etc..., qui font l'objet de travaux expérimentaux en 2010 (cf fiche I-A-01 notamment).

AQUAREF propose également d'assister les agences de l'eau dans l'évaluation des réponses aux appels d'offre pour les prélèvements et analyses. L'action proposée est, en collaboration avec les agences, de préparer une grille d'évaluation des offres (à partir de grilles éventuellement existantes).

Livrable 3

4-Assistance à l'Onema pour la visite de laboratoires dans le cadre des agréments du ministère de l'environnement (BRGM, INERIS, LNE)

L'arrêté du 29 Novembre 2006 décrivant les conditions d'agrément des laboratoires par le ministère de l'environnement prévoit la réalisation de visites de laboratoires agréés par les services de l'Etat ou par tout autre organisme mandaté par l'Etat. AQUAREF assistera l'ONEMA dans les visites des laboratoires afin de participer à l'amélioration continue des pratiques et faire remonter aux pouvoirs publics les difficultés liées à la mise en place et au maintien des exigences de l'agrément .

L'hypothèse 2010 repose sur la visite de 10 laboratoires sélectionnés par l'ONEMA, conduite par des équipes de 2 experts AQUAREF.

Livrable 4

5- Apports spécifiques sédiments/biote (Cemagref)

Pour faire suite aux besoins liés à la surveillance dans le biote et ou les sédiments, et dans la lignée du guide européen en préparation à l'Europe, le Cemagref préparera , à la suite des actions déjà menées en 2008 et 2009 sur le sujet, une version V0 d'un guide pour le prélèvement des sédiments en eaux continentales, le guide existant préparé en inter-agence, n'ayant jamais été publié-.

Des visites sur le terrain pourront servir de base pour étudier les pratiques des préleveurs et définir la faisabilité de nouveaux protocoles.

Livrable 5

Livrables et jalons 2010

1. Fiches substances restantes de la DCE (INERIS, BRGM, Cemagref)
2. Synthèse des exigences analytiques des guides et directives DCE (LNE, BRGM, INERIS)
3. Cahier des charges agences et grille d'exploitation actualisés.(INERIS BRGM, LNE, Cemagref)
4. Visite et compte rendu de visites de laboratoires agréés (INERIS, BRGM, LNE)- rapport de synthèse sur les visites (INERIS, BRGM, Cemagref))
5. V0 Guide prélèvement Sédiments/biote (Cemagref)

Liste des substances et fiches substances

No DCE	Composés	Numéro CAS	Code Sandre	Année
7	C10-13-chloroalcanes	85535-84-8	1955	2008
12	Ethyl hexyl phthalate	117-81-7	1461	2008
23	Nickel	7440-02-0	1386	2008
2	Anthracène	120-12-7	1458	2009
5	Diphényléthers bromés	32534-81-9	1921	2009
6	Cadmium	7440-43-9	1388	2009
9 bis	Aldrine	309-00-2	1103 (ou 5534 Σ aldrine, dieldrine, endrine, isodrine)	2009
9 bis	Dieldrine	60-57-1	1173 (ou 5534 Σ aldrine, dieldrine, endrine, isodrine)	2009
9 bis	Endrine	72-20-8	1181 (ou 5534 Σ aldrine, dieldrine, endrine, isodrine)	2009
9 bis	Isodrine	465-73-6	1207 (ou 5534 Σ aldrine, dieldrine, endrine, isodrine)	2009
15	Fluoranthène	206-44-0	1191	2009
20	Plomb	7439-92-1	1382	2009
21	Mercure	7439-97-6	1387	2009
22	Naphtalène	91-20-3	1517	2009
24	4-nonylphénol	104-40-5	5474	2009
24	nonylphénols	25154-52-3	1957	2009
25	4-(1,1',3,3'-tétraméthylbutyl)-phénol)	140-66-9	1959	2009
25	Octylphénol (p(n-octyl)phénol)	1806-26-4	1920	2009
27	Pentachlorophénol	87-86-5	1235	2009
28	Benzo[g,h,i]perylène	191-24-2	1118	2009
28	Indeno[1,2,3-cd]pyrène	193-39-5	1204	2009
28	Benzo [b]fluoranthène	205-99-2	1116	2009
28	Benzo[k]fluoranthène	207-08-9	1117	2009
28	Benzo[a]pyrène	50-32-8	1115	2009
28	HAP famille	s.o	1476/1537/1524/1623/1453/1622/1619/1082/1621/1618	2009
30	Tributylétain-cation	36643-28-4	2879	2009
1	Alachlore	15972-60-8	1101	2010
3	Atrazine	1912-24-9	1107	2010
4	Benzène	71-43-2	1114	2010
6 bis	Tétrachlorure de carbone	56-23-5		2010
8	Chlorfenvinphos	470-90-6	1464	2010

9	Chlorpyrifos éthyl	2921-88-2	1083	2010
9 ter	DDT total	s.o	s.o	2010
	para-para-DDT	50-29-3	1148	2010
10	Dichloroéthane-1,2	107-06-2	1161	2010
11	Dichlorométhane	75-09-2	1168	2010
13	Diuron	330-54-1	1177	2010
14	Endosulfan	115-29-7	1743	2010
16	Hexachlorobenzène	118-74-1	1199	2010
17	Hexachlorobutadiène	87-68-3	1652	2010
18	Hexachlorocyclohexane	608-73-1	5537	2010
19	Isoproturon	34123-59-6	1208	2010
26	Pentachlorobenzène	608-93-5	1888	2010
29	Simazine	122-34-9	1263	2010
29 bis	Tétrachloroéthylène	127-18-4	2963 (Σtrichloroéthylène et tétrachloroéthylène)	2010
29 ter	Trichloroéthylène	79-01-6	1286	2010
31	Trichlorobenzène	12002-48-1	1774	2010
31	Trichlorobenzène-1,2,4	120-82-1	1283	2010
31	Trichlorobenzène-1,2,3	87-61-6	1630	2010
32	Chloroforme	67-66-3	1135	2010
33	Trifluraline	1582-09-8	1289	2010

Action n°	I-B-02		
Titre	Appui aux donneurs d'ordre, surveillance rejets		
Domaine	Amélioration de la qualité des données		
Thème	Appui aux donneurs d'ordre		
Missions	Améliorer la qualité et la comparabilité des mesures pour les contaminants prioritaires et émergents dans les matrices complexes (rejets aqueux et boues).		
Contexte	Afin d'améliorer l'évaluation des sources de substances polluantes par les rejets urbains et de définir les actions de réduction appropriées à mettre en œuvre, il est nécessaire de disposer de méthodologies de mesure fiables pour les substances polluantes dans les rejets de stations d'épuration (STEP) et dans les boues.		
Description Durée prévue de l'action	Nous proposons de poursuivre les travaux afin d'une part, d'améliorer les connaissances sur la contamination des rejets de STEP par les substances prioritaires DCE et émergentes ; et d'autre part, de disposer d'outils de mesure harmonisés et validés, et de favoriser le transfert aux opérateurs des meilleures méthodologies disponibles pour l'évaluation des rejets de substances prioritaires et émergentes par les STEP.		
Responsable AQUAREF	M. COQUERY		
Responsable Onema	PF STAUB		
Autres correspondants Onema et/ou AQUAREF	INERIS : MP Strub, C Feray, B Lepot Cemagref : JM Choubert, C Miège LNE : B. Lalere, S. Lardy-Fontan BRGM : L Almaric ONEMA : S. Garnaud		
Livrables et calendrier	Nature	Utilisateur cible	Date probable de remise
	<ol style="list-style-type: none"> Note sur l'avancement des travaux des groupes techniques prélèvements rejets canalisés Rapport sur l'approche à mettre en place pour la détermination des incertitudes liées aux échantillonneurs automatiques, CR de la 2ème journée d'échange du groupe de travail sur la « Mesure des contaminants dans les rejets canalisés » Programme de la 3ème journée d'échange du groupe de travail sur la « Mesure des contaminants dans les rejets canalisés » Rapport (ou article) sur l'interprétation physico-chimique des rendements d'élimination des substances prioritaires et émergentes (exploitation complémentaire des données du projet ANR Ampères) 	Site Aquaref, laboratoires prestataires ONEMA	décembre 2010
Actions connexes	Prélèvement (I-A-01) Pratiques des opérateurs (I-A-03)		

Annexe de la fiche action I-B-02

Appui aux donneurs d'ordre, surveillance rejets

Contexte

Afin d'améliorer l'évaluation des sources de substances polluantes par les rejets urbains et de définir les actions de réduction appropriées à mettre en œuvre, il est nécessaire de disposer de méthodologies de mesure fiables pour les substances polluantes dans les rejets de stations d'épuration (STEP) et dans les boues.

L'animation de groupes de travail thématique par AQUAREF sur la « Mesure des contaminants dans les systèmes d'assainissement » a démarré en 2009, suite à la nécessité de progresser sur la définition des moyens techniques à mettre en œuvre pour l'évaluation fiable des concentrations, des flux et des performances des systèmes d'assainissement des collectivités pour l'élimination des micro-polluants (substances prioritaires et émergentes).

En parallèle, la circulaire du 5 janvier 2009 de la DGPR a acté le démarrage de campagnes de recherche de substances dangereuses dans les rejets canalisés des installations industrielles et d'analyses de ces rejets qui même si elles sont encadrées par une annexe technique (annexe 5) méritent des réflexions complémentaires.

De même, la prochaine parution d'une circulaire sur la surveillance des rejets de station des eaux usées urbaines, viendra renforcer le besoin de clarification des opérations de prélèvements et d'analyses dans ces conditions très particulières que sont les rejets.

Objectifs

Nous proposons de poursuivre les travaux afin d'une part, d'améliorer les connaissances sur la contamination des rejets de stations d'épuration urbaines (STEU) par les substances prioritaires et émergentes et de substances dangereuses dans les installations industrielles (ICPE) ; et d'autre part, de disposer d'outils de mesure harmonisés et validés, et de favoriser le transfert aux opérateurs des meilleures méthodologies disponibles pour l'évaluation des rejets de substances prioritaires et émergentes dans les rejets.

1-Améliorer la comparabilité des mesures pour les contaminants prioritaires et émergents dans les effluents (CEMAGREF, INERIS)

Nous proposons de poursuivre l'animation et la coordination des échanges et travaux du groupe de travail thématique sur la « Mesure des contaminants dans les systèmes d'assainissement ». Ce groupe de travail a été mis en place en 2009, suite à la 1ère journée d'échange technique sur ce sujet. Plusieurs thèmes de travail ont été identifiés et les travaux qui ont démarré en 2009 se poursuivront sur 2010 pour aboutir à :

- La préparation en 2010 et la réalisation de certains tests expérimentaux sur :
 - i) les blancs de prélèvement sur STEU et ICPE (autosurveillance) (test prévu en 2010) ;
 - ii) les méthodologies d'homogénéisation avant conditionnement des échantillons prélevés sur site ;
 - iii) les méthodologies de conditionnement et prétraitement des échantillons prélevés sur site ;
 - iv) les incertitudes liées aux échantillonneurs automatiques (volume prise d'essais, type de

pompage, diamètre tuyaux, présence crépine, ...)

- La préparation d'une 1ère version d'un guide technique sur les recommandations sur l'échantillonnage et l'analyse des micropolluants en rejets pour les opérationnels.

Livrables 1 et 2

- L'organisation des 2ème et 3ème journées d'échange du groupe de travail thématique sur la mesure des micropolluants en rejets (INERIS-seconde journée et CEMAGREF- 3eme journée)

2ème journée centrée sur les questions d'analyse des substances, coordination INERIS

portant sur les techniques d'analyses des substances, Précautions et choix techniques, Limites, Eléments d'interprétation pour l'analyse critique de résultats fournis, Eléments pour juger les réponses aux appels d'offres, Prétraitement in-situ, Contrainte liée à l'analyse du dissous en matrices complexes telles que les effluents canalisés, les eaux de rejets et eaux de sortie de station d'épuration. Les premiers résultats, les difficultés observées par les laboratoires en termes de prélèvements et d'analyses sur la mise en place de la circulaire « Post RSDE » pourront être utilisés au cours de cette journée d'échange.

2 ou 3 réunions techniques pourraient être organisées avec les laboratoires concernés par ces questions centrés chacune sur des aspects très spécifiques en lieu et place d'une seule journée technique.

Livrable 3

3ème journée centrée sur les outils d'estimation des performances de traitement des substances, coordination Cemagref en 2010 ou début 2011 (thèmes : règles pour le calcul des rendements, intégration de l'estimation des incertitudes de mesure, intégration des limites de quantification pour les eaux et les boues).

Livrable 4

2- Etude du comportement des contaminants prioritaires et émergents dans les STEU (Cemagref)

Essai de compréhension des mécanismes physico-chimiques expliquant le devenir des contaminants organiques dans les stations d'épuration. Il s'agit d'un travail d'exploitation des données du projet ANR AMPERES complémentaire à la synthèse sur les résultats du projet qui sera réalisée en 2009. L'objectif est d'apporter de nouveaux éléments explicatifs sur les processus d'élimination des substances prioritaires DCE et émergentes (notamment hormones et substances pharmaceutiques) dans les stations d'épuration domestiques.

Livrable 5

Livrables et jalons :

1. Note sur l'avancement des travaux des groupes techniques mis en place par le GT « Mesure des contaminants dans rejets canalisés » (Cemagref, INERIS)
2. Rapport sur l'approche expérimentale prévue pour faire la détermination des incertitudes liées aux échantillonneurs automatiques, et son organisation (LNE).
3. CR de la 2ème journée d'échange du groupe de travail sur la « Mesure des contaminants dans les rejets canalisés » (INERIS)
4. Programme de la 3ème journée d'échange du groupe de travail sur la « Mesure des contaminants dans les rejets canalisés » (Cemagref)
5. Rapport (ou article) sur l'interprétation physico-chimique des rendements d'élimination des substances prioritaires et émergentes (exploitation complémentaire des données du projet ANR Ampères) (Cemagref)

Action n°	I-B-03		
Titre	Appui au SIE		
Domaine	Amélioration de la qualité des données		
Thème	Appui aux donneurs d'ordre		
Missions	Contribuer à l'élaboration des règles d'évaluation des eaux continentales et fournir un appui sur la codification sandre		
Contexte	<p>Le système d'information sur l'eau s'appuie sur un corpus de méthodologies communes, appelé référentiel méthodologique, dont l'application à l'échelle nationale a pour objectif de produire des informations objectives, comparables et conformes aux exigences réglementaires. Le SNDE positionne les 5 établissements publics partenaires d'AQUAREF en appui à l'élaboration des méthodologies communes coté métiers. Outre les actions scientifiques et techniques liées aux prélèvements et analyses, Aquaref apporte son soutien pour la codification SANDRE</p> <p>La DCE impose l'évaluation de l'état des masses d'eau et leur surveillance. Intégré au Système d'Information sur l'Eau (SIE), et s'appuyant sur des banques de données existantes, le SEEE est dédié à l'évaluation des masses d'eau. L'INERIS (réfèrent concernant les substances prioritaires de l'état chimique) , le BRGM (réfèrent sur les eaux souterraines) et le Cemagref (réfèrent concernant l'état écologique) sont impliqués dans la mise en place du SEEE comme experts thématiques.</p>		
Description Durée prévue de l'action	<p>SANDRE :</p> <p>Participation aux réunions techniques</p> <p>Codification paramètres et groupes de paramètres et réunions associées et « nettoyage » de la base SANDRE sur les paramètres physico-chimiques (responsable INERIS-BRGM)</p> <p>Codification méthodes (responsable : LNE)</p> <p>Codification taxon ; responsable cemagref</p> <p>SEEE :</p> <p>mise au point d'indicateurs et règles d'évaluation relatifs à l'état chimique des eaux et aux substances spécifiques de l'état écologique et en leur intégration dans les applications informatiques.</p>		
Responsable AQUAREF	<p>SANDRE : A. MORIN (AQUAREF)</p> <p>SEEE chimie : C. FERAY (INERIS)</p> <p>SEEE Hydrobiologie :B. VILLENEUVE (CEMAGREF)</p>		
Responsable Onema	I. VIAL, C. JOURDAN		
Autres correspondants Onema et/ou AQUAREF	<p>JP PORCHER , N. BOUGON (ONEMA), C FERAY, JY CHATELIER , N HOUEIX (INERIS) J LACHENAL (LNE) , JP GHESTEM,,LCHERY(BRGM), C. CHAUVIN J DE BORTOLI, S. BOUTRY, J. TISON, F. ROUSSEL (CEMAGREF) D. MEUNIER :OIEAU</p>		
Acteurs externes	Utilisateurs du SEEE et du SANDRE		
Livrables et calendrier	Nature	Utilisateur cible	Date probable de remise
	<p>- <i>Spécifications d'indicateurs et de règles d'évaluation :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - « DCE compatibles » (livrable 1) - A d'autres fins d'évaluation (livrable 2) 	ONEMA, DEB, Agences de l'Eau	<p>1^{er} trimestre 2010</p> <p>1^{er} trimestre 2010</p>

	<p>- Note sur analyse comparative des différentes règles d'évaluation de l'état chimique (livrable 3)</p> <p>Sandre : liste des codes méthodes, familles de paramètres et taxons</p>	<p>Acteurs qui échangent les données</p>	<p>décembre 2010</p> <p>méthodes et paramètres - Décembre 2010</p>
--	--	--	--

Annexe de la fiche action I-B-03

Appui au Système d'information sur l'eau

Contexte

Intégré au schéma national des données sur l'eau (SNDE), le système d'évaluation de l'état des eaux (SEEE) est composé de 2 outils : SEEE-simulation et SEEE-évaluation.

L'outil SEEE-simulation, à destination principalement des organismes scientifiques, doit permettre la mise au point d'indicateurs pour l'évaluation de l'état des eaux. La V1 de cet outil est stabilisé pour un certain nombre d'indicateurs mais des ajustements sont encore nécessaires

L'outil SEEE-évaluation, à destination notamment des acteurs de bassins, permettra de réaliser l'évaluation de l'état des eaux conformément aux règles établies pour le rapportage DCE, mais aussi de créer d'autres règles d'évaluation propres aux besoins des gestionnaires de bassins. Cet outil est en phase de spécification fonctionnelle.

La codification des jeux de données, qui repose aujourd'hui sur le Sandre, est devenue incontournable dans le système d'échange de données sur l'eau et doit constituer une base solide pour les données métiers des acteurs concernés par ces échanges. Les enjeux sont importants puisque des données « mal » codées peuvent présenter par exemple un risque d'évaluation erronée de l'état des masses d'eaux dans leur utilisation par le Système d'Evaluation de l'Etat des Eaux (SEEE). Par conséquent, le système de codification des données de référence doit disposer de processus de validation mieux maîtrisés. En effet, il est important d'éviter que l'augmentation des demandes de code par les différents utilisateurs de la codification Sandre ne conduit à une multiplication de doublon ou de codes « mal » définis.

Dans le Schéma National des Données sur l'Eaux (SNDE), les membres d'AQUAREF ont été identifiés comme experts chargés de veiller à l'amélioration des processus de validation des codes, dans les domaines de compétence de chacun. Les experts AQUAREF doivent faire des propositions pour améliorer le contenu des référentiels concernés (méthodes, paramètres, ...). Le nettoyage de la base actuelle en sera la première phase et cela devrait de plus faciliter les travaux ultérieurs des différents acteurs lors de la création ou de la modification d'un code.

Description des actions 2010 sur le SEEE

Pour la thématique « chimie des eaux de surface continentales », et dans la continuité des travaux menés depuis 2008, l'INERIS et le CEMAGREF contribueront au développement des outils du SEEE

Pour la thématique état chimique, les travaux de l'INERIS en charge de ce sujet pour les eaux de surface continentales s'articuleront autour de

- Spécifications et tests de métriques / indices / indicateurs de base nécessaires à l'évaluation au point de contrôle de l'état chimique selon le profil DCE (conformément au guide technique publié par le MEEDDAT en mars 2009)
- Tests des métriques, indices et indicateurs spécifiés par l'INERIS en 2009 et intégrés fin

2009/début 2010 à l'outil de simulation

- Appui aux spécifications des règles d'évaluation pour le rapportage DCE, en particulier des règles primaires permettant l'agrégation spatiale et temporelle des indicateurs (simulation)
- Appui à l'écriture et au test de métriques / indices de base utiles pour la construction de différentes règles d'évaluation (simulation)
- Appui aux spécifications de règles d'évaluation standards à des fins de diagnostic, de suivi historique, ... (en fonction de l'expression des besoins des utilisateurs SEEE et des spécifications fonctionnelles de l'outil - en cours)
- Contribution sur la définition des produits de sortie du SEEE : rapports d'évaluation, tableaux exportés, ...

Pour la thématique état écologique, les travaux du Cemagref s'articuleront autour de deux axes principaux :

1. Eléments de qualité biologiques:
 - Construction de la V1 de l'indice invertébré (I2M2) en lien avec les pressions,
 - Simulation d'évaluation utilisant l'outil développé en 2009 pour les différents EQB,
 - Développement d'une méthodologie pour l'extrapolation de l'évaluation aux masses d'eau non suivies dans le cadre des réseaux,
 - Appui à la définition de la spécification des indicateurs et des règles d'évaluation
2. Physico-chimie soutenant la biologie :
 - Mise en relation des indicateurs bio avec les paramètres physico-chimiques et les substances de l'état écologique (en relation avec les règles définies pour les substances de l'état chimique, travaux à mener en commun entre le CEMAGREF et LINERIS)
 - Détermination des valeurs seuils de ces paramètres/substances ou groupes de paramètres/substances ;
 - Regroupement des paramètres physico-chimiques et substances en éléments de qualité dans le but de produire un indice par élément de qualité.

Description des actions 2010 sur la bancarisation des données

Le Cemagref poursuit la bancarisation des données hydrobiologiques du réseau de surveillance en 2010. Mais cette organisation est destinée à évoluer dès la mise en œuvre opérationnelle de la banque de données hydrobiologiques du SIE (dans la banque nationale Naiades).

Description des travaux 2010 sur le SANDRE

L'INERIS conduira une réflexion sur la mise en qualité des données et échanges de données relatifs à différentes bases intégrées ou non au SNDE. Il s'agira en particulier de réaliser une synthèse des besoins de codification SANDRE associés à la mise en place de la banque nationale des données de vente de produits phytosanitaires (BNVD) : par exemple, nécessité de codifier les produits formulés, les substances actives, les distributeurs agréés, ... Ce travail se poursuivra par l'élaboration d'un cahier des charges pour le SANDRE (OIEAU) et la mise en œuvre d'une expertise de l'INERIS sur la codification des substances actives des phytosanitaires (et produits formulés éventuellement selon le résultat de la réflexion mentionnée ci-dessous). La réflexion sur les besoins d'un service d'extraction de données au format SANDRE sera élargie aux autres bases existantes ou en cours de création : LABEAU, surveillance post-RSDE des rejets industriels et des stations d'épuration des eaux usées, ...

- ➔ Livrable 1 : rapport sur l'expression de besoins relatifs à la codification des données et aux scénarios d'échanges à partir des bases existantes
- ➔ Livrable 2 : cahier des charges pour le SANDRE

Les travaux engagés en 2009 par l'INERIS et le BRGM sur la codification des paramètres et groupes de paramètres considérés pour l'évaluation des éléments de qualité physico-chimiques et chimiques des eaux de surface se poursuivront en 2010,. Le « nettoyage » de la base SANDRE sur ces paramètres se prolongera également.

Le LNE poursuivra la remise a plat des méthodes sandre déjà entamée en 2009 et fournira a ce titre un complément du livrable 2009 pour les méthodes chimiques et pour les autres catégories de méthodes.

Le Cemagref interviendra dans l'appui à la codification des taxons et l'élaboration des règles en tant que de besoin.

- Livrable 4 (INERIS BRGM) : base sandre avec code paramètres (substances chimiques) mises à jour par OIEAU sur demande des experts (nettoyage de la base SANDRE actuelle, action pour moitié réalisée par INERIS, pour moitié par le BRGM)
- Livrable 5 (INERIS BRGM) : liste des familles de substances chimiques
- Livrable 6 (LNE) : ensemble des fiches documentaires dans leur nouvelle version pour le référentiel méthode chimie, et si possible pour les autres méthodes (biologie, radiologie, paramètres de base, autres).

Les différents acteurs impliqués dans chacun des 5 établissements participeront en tant que de besoin aux groupes techniques nationaux transversaux assistant l'ONEMA pour la mise en œuvre du plan d'actions du SNDE, notamment :

- groupe de pilotage du SANDRE (GPS) où l'INERIS proposera par exemple des actions pour le développement du site LABEAU et du site RSDE
- groupe de pilotage des applications (GPA)
- groupe méthodologie SANDRE-AQUAREF

Livrables et jalons :

1. Rapport d'avancement des actions SEEE (INERIS-CEMAGREF)
2. Rapport sur l'expression de besoins relatifs à la codification des données et aux scénarios d'échanges à partir des bases existantes (INERIS)
3. Cahier des charges pour le SANDRE en lien avec la BNVD (INERIS)
4. Mise a jour des codes paramètres dans la base sandre (nettoyage)(INERIS-BRGM)
5. Mise en place d'une liste sandre de famille de paramètres pour l'ensemble des paramètres physico-chimiques de la base sandre (INERIS-BRGM)
6. Proposition et mise en place d'un nouveau référentiel pour la codification des méthodes (LNE)

Anticiper la future surveillance

La surveillance évoluera au fur et à mesure de l'acquisition des connaissances et du déroulement des programmes de surveillance actuelle.

Les connaissances sont encore très insuffisantes sur les substances dites émergentes, futures candidates à la révision des listes de substances prioritaires (données sur l'occurrence, méthodes d'analyse disponibles) pour préparer les laboratoires « prestataires » à réaliser ces « futures » analyses de manière fiable et homogène. Comment anticiper les développements de méthode pour les substances émergentes ?

De même, le coût de la surveillance imposée par la multitude de paramètres à surveiller nécessite une réflexion approfondie et la mise en place d'outils qui aujourd'hui n'existent pas ou qui ne sont maîtrisés que par des équipes de recherche.

AQUAREF, au travers d'une action de veille scientifique, d'évaluation en situation d'outils développés par les équipes de recherche académiques ou de propositions de constructeurs, de développement de méthodes pour des substances émergentes et d'incitation des laboratoires les plus avancés à participer à des actions d'harmonisation, proposera d'ici 2012 des notes de positionnement sur les nouvelles substances et sur les nouveaux outils qui pourront orienter les axes de recherche à privilégier par pouvoirs publics.

Ces actions seront menées en relation avec les travaux des équipes européennes en particulier via le réseau NORMAN dans lequel certains membres d'AQUAREF sont très impliqués.

Action n°	II-A-01		
Titre	Amélioration des connaissances sur les substances émergentes		
Domaine	Anticiper la future surveillance		
Thème	Nouveaux paramètres		
Missions	Permettre le suivi des connaissances sur les polluants émergents et les risques associés ; développer, harmoniser et diffuser les méthodes d'analyse des substances émergentes		
Contexte	La surveillance des milieux aquatiques porte actuellement en priorité sur les substances chimiques déjà réglementées, mais on ne peut pas faire l'impasse sur toutes les autres substances couramment utilisées. Les substances d'intérêt sont très nombreuses (pharmaceutiques, phytosanitaires, à effet perturbateurs endocriniens, POP, surfactants,...). Il existe un besoin d'amélioration des outils de surveillance chimique pour disposer d'informations opérationnelles sur les substances émergentes, notamment pour l'évaluation du risque et la priorisation des actions. Le développement des connaissances et des méthodologies nécessaires doit se poursuivre mais n'est pas possible à la seule échelle de la France. La constitution et co-animation d'un groupe de travail sur les substances émergentes en France, miroir et contributeur du réseau européen NORMAN, permettra d'améliorer le temps de réponse aux pouvoirs publics sur les questions posées sur les polluants émergents.		
Description Durée prévue de l'action	L'objectif est d'assurer une veille sur les substances émergentes et de prendre en charge l'animation du travail en France, en optimisant les synergies avec le réseau européen NORMAN. Le travail porte sur l'amélioration des connaissances sur les substances émergentes notamment par la collecte et l'évaluation des résultats déjà disponibles en France ou en Europe ; sur l'amélioration des méthodes d'analyses pour les substances émergentes et la diffusion des méthodes d'analyse existantes aux laboratoires ; et sur la mise en place d'une méthodologie pérenne de hiérarchisation des substances, incluant les substances émergentes.		
Responsable AQUAREF	V. DULIO (INERIS)		
Responsable Onema	PF STAUB		
Autres correspondants Onema et/ou AQUAREF	INERIS : A.C. Legall, S. Andres, W. Sanchez, S. Ait-Aïssa Cemagref : M. Coquery, C Miège, J. Garric LNE : B. Lalere, S. Lardy-Fontan BRGM : L. Amalric, JP Ghestem		
Acteurs externes	Réseau NORMAN DEB: N. Tchilian, E. Duclay Agences de l'Eau: dont J.-M. Bresson & C.Riou (AERM), J.-P.Rebillard (AEAC)		
Livrables et calendrier	Nature	Utilisateur cible	Date probable de remise
	1. Notes d'avancement des travaux NORMAN par domaine d'activité (INERIS)	site Aquaref, lab. prestataires	juin 2010 décembre 2010
	2. Fiches synthétiques par projet sur les programmes de surveillance des substances émergentes dans les milieux aquatiques en France, suivant le format utilisé dans la base de données de NORMAN (EMPOMAP). (Cemagref, INERIS, BRGM)	ONEMA ; DEB, AE	décembre 2010
	3. Compilation dans la base de données de NORMAN (EMPODAT) de données	GT Substances, ONEMA	Au fil de l'eau

	<p>sélectionnées de programmes de surveillance sur les substances émergentes dans les eaux de surface et les eaux souterraines en France. (INERIS, BRGM, Cemagref)</p> <p>4. Grille d'analyse des outils de priorisation et liste de critères et analyse d'une dizaine de méthodes de priorisation (INERIS)</p> <p>5. Méthodologie pérenne de choix des substances à surveiller dans les milieux aquatiques - proposition de liste (INERIS)</p> <p>6. Fiches Méthode sur l'analyse des bétabloquants dans les boues et famille d'émergents dans les mollusques (Cemagref)</p> <p>7. Cahier des charges pour l'organisation d'essai-interlaboratoires sur les pharmaceutiques dans les milieux aquatiques (Cemagref, BRGM, INERIS).</p> <p>8. Listes d'actions AQUAREF 2011 -2012 en support au plan national d'action résidus médicamenteux (INERIS-CEMAGREF)</p>	<p>ONEMA, DEB, AE, GT substances</p>	<p>mai 2010</p> <p>juin 2010 décembre 2010</p>
<p>Actions connexes</p>	<p>Analyses (I-A-02) Pratique des opérateurs (I-A-03) Normalisation (III-A-01)</p>		

Annexe de la fiche action II-A-01

Amélioration des connaissances sur les substances émergentes

Contexte

La surveillance des milieux aquatiques porte actuellement en priorité sur les substances chimiques déjà réglementées, mais on ne peut pas faire l'impasse sur toutes les autres substances couramment utilisées, dont certaines font également l'objet d'une action spécifique dans le cadre des suites du Grenelle de l'environnement. Les substances d'intérêt sont très nombreuses (pharmaceutiques, phytosanitaires, perturbateurs endocriniens, tensio-actifs, etc.) et le développement des connaissances et des méthodologies de mesure nécessaires n'est pas possible à la seule échelle de la France.

Il s'agit d'une part, de disposer plus rapidement et plus facilement d'informations sur l'occurrence des substances émergentes, les méthodologies de mesure et leur niveau de validation, et d'autre part, de prioriser, sur la base de critères communs, les substances pertinentes dans la perspective de leur surveillance dans le milieu aquatique. AQUAREF propose de poursuivre les actions des partenaires d'AQUAREF sur l'amélioration des connaissances et des méthodes d'analyse pour les substances pharmaceutiques. Pour certaines substances ou familles de substances ciblées, des méthodes d'analyse seront développées et validées. L'élaboration d'une méthodologie de priorisation des substances chimiques (y compris, substances émergentes) à suivre dans les milieux aquatiques » en France, en lien avec le travail du réseau européen NORMAN, devra permettre de définir des orientations, besoins, priorités d'actions relativement à la surveillance des substances chimiques dans le milieu aquatique et notamment des substances émergentes.

Objectifs

1- Amélioration des connaissances sur les substances émergentes et proposition de méthodologies pour leur priorisation

1-1 Participation à certains GT mis en place par le réseau NORMAN et mise en réseau de l'information auprès du GT Substances et site AQUAREF. (INERIS)

En 2010 sont prévus :

- Une réflexion sur les banques d'échantillons : le sujet « Environmental specimen banks » fera partie des sujets dans le « NORMAN bulletin on emerging substances ». En 2009, une note de veille se focalisera déjà sur l'état de l'art et les avantages des banques d'échantillons comme un outil pour revenir vers des substances à surveiller lorsque les méthodes se développent. En 2010, le programme de travail de NORMAN inclura l'organisation d'un workshop avec la participation des coordinateurs des banques d'échantillons en Europe et des laboratoires du réseau NORMAN pour explorer la possibilité pour des activités de collaboration, par exemple, dans le cadre de campagnes de surveillance de polluants émergents au niveau européen.
- Suite du workshop de NORMAN sur « métabolites et produits de dégradation des polluants émergents et effets mélanges » qui aura lieu en novembre 2009. Une activité spécifique (groupe de travail, expert group meeting ou autre) sera organisée par NORMAN en 2010 sur la base des conclusions de ce workshop.
- Un « Expert Group meeting » (avec publication d'un « position paper ») sera organisé en 2010 par NORMAN sur les nanoparticules dans l'eau et notamment, sur les aspects relatifs aux techniques analytiques dans les matrices environnementales, le devenir des nanoparticules manufacturées dans le milieu aquatique et dans les stations de traitement des eaux usées, les interactions des nanoparticules manufacturées avec les autres polluants organiques et inorganiques, ainsi que les effets potentiels sur le biote. La réunion du groupe d'experts devrait avoir lieu à Koblenz en automne 2010.
- L'activité du GT « The value of bioassays and biomarkers in water quality monitoring programmes: strategies for the interpretation of results » qui consiste à proposer des méthodes et des stratégies de surveillance des milieux, alternatives aux méthodes chimiques et écologiques conventionnelles, sera poursuivie en 2010 (voir point 3).

Livrable 1 : Les activités du réseau NORMAN citées ci-dessus seront relayées au niveau français via des notes d'avancement des travaux. (INERIS)

1-2 Mise à jour de l'inventaire des projets français et données de surveillance des substances pharmaceutiques (continuité des travaux 2009 - collaboration INERIS, Cemagref, BRGM).

- Inventaire des programmes et des travaux de recherche sur la surveillance des substances émergentes dans les eaux réalisés en France (par les agences de l'eau et autres organismes publics) et résultats obtenus dans ce cadre (molécules recherchées, type de milieu, etc.). Les travaux pour 2010 se focaliseront en priorité sur les substances pharmaceutiques.

Livrable 2 (INERIS, CEMAGREF)

- Bancarisation des résultats des campagnes de mesure conduites pour les eaux de surface et les eaux souterraines par les agences de l'eau et autres organismes publics sur différents polluants émergents dans la base de données européenne NORMAN - EMPODAT. Ces données sont aujourd'hui dispersées et donc peu exploitables. Leur compilation au niveau national permettra d'exploiter plus aisément les informations.

Livrable 3 (INERIS, CEMAGREF)

1-3 Mise au point d'une méthodologie de priorisation pour l'identification des substances pertinentes pour la surveillance future dans le milieu aquatique en France (INERIS, Cemagref, BRGM)

Le travail en 2010 inclura :

- L'élaboration d'une grille d'analyse et d'évaluation des outils de priorisation existants parmi les plus connus (SIRIS, DCE Substances Prioritaires, Cemagref, etc.).

Livrable 4 (INERIS)

- L'élaboration, sur la base de ladite évaluation, de recommandations pour la définition d'une méthodologie de priorisation pérenne pour l'identification des substances pertinentes pour la surveillance future dans le milieu aquatique, qui relève de l'acquisition ou de l'intégration de connaissances. Cet outil / méthodologie devra s'adresser à la fois aux substances déjà surveillées et aux substances moins connues / étudiées, dites « émergentes »

Livrable 5 (INERIS)

- Un appui scientifique et technique à l'ONEMA pour la création et la coordination d'une structure de référence pérenne (comité d'experts) chargée de la validation de la liste de critères de hiérarchisation. Ce dispositif de référence devra en outre, sur la base de la méthodologie de hiérarchisation définie, émettre des préconisations d'une part, sur les substances qu'il conviendrait à l'avenir d'ajouter ou de retirer des programmes de surveillance régulière; et d'autre part, sur des actions d'acquisition de données complémentaires pour permettre une évaluation suffisamment fiable de la contamination des milieux aquatiques par ces substances (données de terrain pour les substances dont la contamination est insuffisamment caractérisée, le développement de tests écotoxicologiques pour des substances dont les effets méritent d'être davantage connus, etc.). Un mandat pour ce comité d'experts a été proposé en 2009.
- Une partie de cette activité sera liée au programme de travail NORMAN qui a mis en place en 2009 un groupe spécifique qui a déjà produit un questionnaire spécifique aux substances émergentes en vue des les hiérarchiser et qui poursuivra ces activités en 2010.

Livrables 6 (INERIS) : Comptes rendu des réunions du groupe de travail

- Réflexion sur l'implication d'AQUAREF dans le plan national résidus médicamenteux et la forme de ce soutien technique à partir de 2011

Livrable 7 - AQUAREF

2- Améliorer les méthodes d'analyse sur les substances émergentes dans les eaux et les matrices complexes

L'objectif ici est le transfert de méthodes d'analyse pour les substances émergentes : d'une part, par la diffusion sous forme de fiches synthétiques des méthodes d'analyse validées pour la quantification de substances émergentes dans les eaux et les matrices solides (sédiments, boues, organismes biologiques); et d'autre part, par l'organisation d'essais inter-laboratoires spécifiques.

- Médicaments (boues) : Développer une méthode d'analyse des bétabloquants dans les boues de station d'épuration. (Cemagref).
- Substances émergentes dans les mollusques : recherche bibliographique réalisée sur la bioaccumulation des substances émergentes, sélection d'une famille (ex. : PFC), et rédaction d'une fiche méthode (1ère version provisoire) (Cemagref).

Livrable 8 (Cemagref) : fiches méthodes bétabloquants dans les boues et PFC dans les mollusques.

- Organisation d'un exercice inter-laboratoires sur les pharmaceutiques dans les eaux (collaboration BRGM, INERIS, Cemagref, LNE). Un essai inter-laboratoires a été réalisé en juin 2009 par l'AFSSA avec la collaboration d'AQUAREF (Cemagref, INERIS, BRGM). Les résultats de ce 1er essai permettront en 2010 de cibler les problèmes existants et de préparer les essais à réaliser éventuellement l'année suivante (2011). Ces essais pourraient être nourris de l'expérience des essais 2009 l'AFSSA et réalisés en collaboration avec l'AFSSA pour viser un public plus large voire même pour aboutir à un essai de validation de méthodes (à définir courant 2010)

Livrable 9 (BRGM, Cemagref)

Livrables et jalons :

1. Notes d'avancement des travaux NORMAN par domaine d'activité (INERIS)
2. Fiches synthétiques par projet sur les programmes de surveillance des substances émergentes dans les milieux aquatiques en France, suivant le format utilisé dans la base de données de NORMAN (EMPOMAP). (Cemagref, INERIS, BRGM)
3. Compilation dans la base de données de NORMAN (EMPODAT) de données sélectionnées de programmes de surveillance sur les substances émergentes dans les eaux de surface et les eaux souterraines en France. (INERIS, BRGM, Cemagref)
4. Grille d'analyse des outils de priorisation et liste de critères et analyse d'une dizaine de méthodes de priorisation (INERIS)
5. Méthodologie pérenne de choix des substances à surveiller dans les milieux aquatiques - proposition de liste (INERIS)
6. Compte rendu et rapport d'avancement du groupe de travail piloté par ONEMA, assisté d'AQUAREF
7. Listes d'actions AQUAREF 2011 -2012 en support au plan national d'action résidus médicamenteux
8. Fiches Méthode sur l'analyse des bétabloquants dans les boues et famille de substances émergentes dans les mollusques (Cemagref)
9. Cahier des charges pour l'organisation d'essai inter-laboratoires sur les pharmaceutiques dans les milieux aquatiques (Cemagref, **BRGM**, INERIS, LNE).

Action n°	II-B-01		
Titre	Développement et optimisation des technologies innovantes de prélèvement et d'analyse		
Domaine	Anticiper la future surveillance		
Thème	Outils innovants		
Missions	Répondre aux futures exigences de la DCE ; développer, harmoniser et transférer des outils innovants de prélèvement et d'analyse pour l'identification et la quantification des substances chimiques dans les eaux. Disposer d'informations opérationnelles sur le domaine d'application et la validité des nouveaux outils de prélèvements et d'analyse (échantillonneurs passifs, capteurs en continu).		
Contexte	Les difficultés analytiques liées à la mesure de micro-polluants dans les eaux naturelles ou urbaines ont conduit au développement de divers systèmes d'échantillonnage in situ dans le but de faciliter l'échantillonnage et la détection des micro-polluants dans les eaux. Le développement et la maîtrise de nouveaux outils d'échantillonnage passifs permettent par exemple d'intégrer dans le temps les concentrations en micro-polluants dans les milieux aquatiques récepteurs et ainsi de mieux caractériser la contamination chimique d'un écosystème aquatique..		
Description Durée prévue de l'action	L'objectif est de réaliser un état des lieux des connaissances et des pratiques actuelles pour un certain nombre d'outils innovants de prélèvement et d'analyse, sous la forme de tableau ou de fiches de synthèse et/ou de protocoles types. Des développements analytiques et des applications sur le terrain sont aussi prévus. Les développements méthodologiques visent à améliorer la maîtrise des outils d'échantillonnage prenant en compte l'intégration dans le temps et permettant de diminuer les limites de détection et à valider des méthodes d'extraction avec application in situ, pour des contaminants prioritaires et émergents. Un essai inter-laboratoires pour certaines substances DCE est planifié dans les eaux douce et marine.		
Responsable AQUAREF	M. COQUERY(Cemagref)		
Responsable Onema	PF STAUB		
Autres correspondants Onema et/ou AQUAREF	INERIS : MP Strub, B Lepot Cemagref : C Miège, C Margoum, N Mazzella IFREMER : JL Gonzalez, C Tixier, D Munaron LNE : S Lardy-Fontan, , P.Fiscaro BRGM : JP Ghestem, A. Togola		
Acteurs externes	C Gonzalez, Ecole des mines d'Alès		
Livrables et calendrier	Nature	Utilisateur cible	Date probable de remise
	- Fiches méthodes diffusées sur le site AQUAREF - Synthèse sur les capteurs en continu - Note de synthèse sur l'applicabilité des échantillonneurs passifs pour la surveillance DCE - Valise terrain DGT et SBSE - milieu marin * Rapports d'étape : - Sur l'essai inter-laboratoires sur les échantillonneurs passif - Application POCIS et DGT en milieu marin - Rapport de veille scientifique relative aux avancées des approches EDA pour la surveillance des substances émergentes	Site Aquaref, laboratoires prestataires. ONEMA, AE, DEB, DIREN ONEMA, AE	décembre 2010 décembre 2010 décembre 2010 Décembre 2010
Actions connexes	Prélèvement (I-A-01) Normalisation (III-A-01)		

Annexe de la fiche action II-B-01

Développement et optimisation de méthodes et technologies innovantes de prélèvement et d'analyse

Contexte

Cette action entre dans le contexte global de l'application future de la DCE et vise à développer et à améliorer des méthodologies innovantes d'évaluation de la qualité chimique des cours d'eau, notamment en ce qui concerne la contamination par les substances prioritaires mais aussi certaines substances émergentes. L'amélioration des techniques de prélèvement et d'analyse doit permettre de mieux décrire la qualité chimique des milieux aquatiques et de mieux définir, par conséquent, les relations entre l'état biologique et l'état chimique. Les difficultés analytiques liées à la mesure de micro-polluants traces dans les eaux naturelles ou urbaines ont conduit au développement de divers systèmes d'échantillonnage en continu et/ou in situ dans le but de faciliter l'échantillonnage et la détection des micropolluants dans les eaux. Le développement et la maîtrise de nouveaux outils d'échantillonnage intégratif dans le temps permettent par exemple d'intégrer le suivi des concentrations en micro-polluants dans les milieux aquatiques récepteurs et ainsi de mieux caractériser la contamination chimique d'un écosystème aquatique. Les techniques d'échantillonnage intégratifs (ou passifs) telles que les « Diffusive Gradient in Thin Film » (DGT) pour les métaux, les « Semi-Permeable Membrane Devices » (SPMD) et Low-Density Polyethylene (LDPE) pour les contaminants organiques hydrophobes et, plus récemment, les « Polar Organic Chemical Integrative Sampler » (POCIS) pour les contaminants organiques plus hydrophiles ont été développées afin d'échantillonner directement in situ les contaminants afin de mieux caractériser la contamination chimique d'un écosystème aquatique. Ces échantillonneurs intégratifs permettent de concentrer les contaminants chimiques et offrent de grands avantages par rapport aux prélèvements classiques d'échantillons d'eau. En effet, ces techniques permettent d'obtenir des mesures intégrées sur la durée d'exposition, ainsi qu'une diminution des limites de détection. Ces deux propriétés permettent ainsi la détection dans les eaux de contaminants dissous à l'état de trace, autrement très difficiles à analyser par des méthodes classiques. Pour la surveillance de la qualité des milieux aquatiques, l'approche basée sur l'utilisation de tels échantillonneurs passifs peut constituer un bon compromis donnant accès à une estimation des concentrations intégrées. Cependant, la validité des concentrations estimées au moyen de ces dispositifs nécessite des étapes d'étalonnage et de mise au point en laboratoire ainsi que sur le terrain. C'est sur cet aspect que se concentrent actuellement les développements méthodologiques.

D'autre part, au cours des deux dernières décennies, de nouvelles techniques d'extraction sans solvant (SPME : solid phase micro-extraction et SBSE : stir bar sorptive extraction) ont été développées en laboratoire, en complément des méthodes classiquement utilisées pour l'extraction de contaminants organiques dans les matrices aqueuses. Les développements actuels concernent notamment l'automatisation des systèmes d'échantillonnage et d'extraction afin de permettre leur application in situ.

En parallèle, l'amélioration des méthodes de bio-indication sera également abordée avec l'étude des biofilms périphytiques. L'objectif visé est d'obtenir une meilleure estimation de l'exposition réelle des organismes aquatiques aux polluants : d'une part, via l'apport des méthodologies d'échantillonnage et d'analyse des eaux (Cf. ci-dessus) et d'autre part, grâce à la maîtrise des méthodes de dosages des pesticides dans les biofilms.

Objectifs

Il s'agit de faire des recommandations pour harmoniser les pratiques, de proposer des guides d'utilisation détaillés pour ces nouveaux outils et d'organiser des essais inter-laboratoires pour mieux évaluer la validité de ces outils.

Il est aussi indispensable de faire un état des lieux des connaissances sur les possibilités offertes par ce type de technique/outil innovant, que ce soit en termes de screening (identification des substances et mesure semi-quantitative) que pour la quantification des substances chimiques dans les eaux.

1- Veille technologique sur les capteurs en continu (Cemagref, BRGM)

Poursuivre une veille technologique sur les capteurs en continu pour les substances prioritaires DCE, ainsi qu'une synthèse bibliographique opérationnelle pour une sélection de contaminants (métaux).

Livrable 1

2- Echantillonneurs passifs et technique SBSE (Stir Bar Sorptive Extraction ou extraction sur barreau aimanté)

Les partenaires d'AQUAREF (Cemagref, Ifremer et BRGM) mènent actuellement des travaux de recherche avec pour objectif le transfert de ces techniques vers des activités de surveillance de milieu, à la fois pour la connaissance qualitative de l'ensemble des espèces ayant impacté un milieu sur une période donnée, et pour la détermination quantitative de certains polluants sélectionnés.

Plusieurs types d'échantillonneurs [POCIS (Polar Organic Chemical Integrative Sampler, SPMD (semi permeable membrane device), Chemcatcher, DGT (diffusive gradient in thin gel)] sont étudiés, avec comme objectif d'améliorer la connaissance de leur fonctionnement et de leur pertinence pour la surveillance des micro-polluants dans les rejets urbains et dans le milieu récepteur (eaux douces, marines et souterraines) pour une sélection de contaminants organiques hydrophobes (HAP, PCB) ou hydrophiles (pesticides, médicaments), ou pour les métaux. Nous étudions aussi de nouvelles possibilités d'échantillonneurs non brevetés pour les contaminants organiques hydrophobes (membranes en LDPE ou silicone).

2-1 Développer et valider des outils innovants pour les substances prioritaires et émergentes

- a) Echantillonneur passif (POCIS) pour 10 bêtabloquants et 5 hormones oestrogéniques (Cemagref).
 - b) Echantillonneur passif (SPMD) pour les PCBs (Cemagref)
 - c) Développement et amélioration des techniques d'échantillonnage passif (DGT et POCIS) (Ifremer).
- Tester et développer différentes solutions techniques pour limiter la formation de fouling en milieu marin sur les POCIS et assurer un taux d'échantillonnage constant et reproductible pour plusieurs familles de contaminants organiques (pesticides, produits pharmaceutiques, alkylphénols).

L'immersion prolongée en milieu marin des échantillonneurs s'accompagne, en fonction du milieu, dans un premier temps de la formation d'un voile biologique qui sera suivi ensuite par le développement des bioalissures (fouling). L'expérience acquise dans le cadre de différents projets visant à évaluer à grande échelle l'opérationnalité des techniques d'échantillonnage passif (POCIS, DGT, SBSE) montre que dans le cas des échantillonneurs nécessitant des temps d'exposition longs (cas des POCIS qui sont immergés au moins 3 semaines) le taux d'échantillonnage pourra varier de façon plus ou moins importante au cours du temps à cause des bioalissures. L'importance de ce processus sur les variations du taux d'échantillonnage doit être évaluée, notamment dans le cas du milieu marin.

Par ailleurs, dans le cas particulier des POCIS, il n'est pas toujours aisé de connaître avec précision les conditions de turbulence ou d'agitation du milieu pendant la durée de

l'exposition. Or cette turbulence est un facteur clé pour déterminer le taux d'échantillonnage réel du POCIS.

- Tester et valider des DGT "spécial Hg" pour inclure le mercure dans le panel de contaminants métalliques pouvant être suivis par l'échantillonnage passif en milieu marin.

Le mercure est le seul métal prioritaire DCE qui n'est pas mesurable de façon satisfaisante avec les DGT « classiques ». Le remplacement du gel classique (polyacrylamide) par un gel agarose permet d'utiliser la technique DGT pour Hg, de plus, une évaluation de la spéciation de Hg peut aussi être envisagée en utilisant des DGT constitués d'une résine "Spheron-thiol" (capable de "fixer" même le Hg associé à des complexants organiques forts). L'utilisation de cette approche implique de faire des tests de validation.

Livrables 2 et 3

2-2 Valider et évaluer la pertinence de méthodes d'extraction alternative pour l'analyse des pesticides (Cemagref).

Développement et validation en laboratoire d'une méthode d'extraction SBSE couplée à GC-MS d'une part, et LC-MSMS d'autre part pour l'analyse des pesticides dans les eaux.

Les pesticides visés sont les suivants : diuron, dichloroaniline DCA, 3-(3',-dichlorophényl)-1, méthylurée DCPMU, isoproturon, azoxystrobine, tébuconazole, dimétomorphe, carbendazime, procymidone, spiroxamine, chlorfenvinphos, chlorpyrifos éthyl et méthyl, diflufénicanil, norflurazon, norflurazon deméthyl, fénitrothion, flazasulfuron et flufénoxuron (cf idem méthode du laboratoire par SPE et biofilms ci-dessous)

Livrable 4

2-3 Participer à l'harmonisation des pratiques pour les nouveaux outils d'échantillonnage

Objectif : Organiser des essais inter-laboratoires entre laboratoires experts pour évaluer l'application des échantillonneurs passifs à des sites du contrôle de surveillance sur certaines substances de la DCE. Les outils/substances testés incluent notamment : POCIS / pesticides, SPMD / HAP, DGT / métaux. Trois sites d'expositions ont été présélectionnés en 2009 : site de Beillant (16), la station de Ternay (aval Lyon, 69) et un site marin.

Le Cemagref coordonne le comité d'organisation et gèrera deux sites en eaux douces de surface (Charente et Rhône ; printemps 2010) ; l'Ifremer gèrera un site en eau marine (Etang de Thau, printemps 2010).

Le comité d'organisation inclut : **Cemagref**, INERIS, BRGM, Ifremer, LNE + Ecole des mines d'Alès.

Cet EIL est à destination des laboratoires maîtrisant déjà la technique de déploiement et d'analyse de ce type d'échantillonneurs. Un minimum de 10 participants par couple échantillonneur/molécules est nécessaire (sauf erreur de ma part, ce point n'a pas été abordé au cours des diverses réunions du comité d'organisation et me paraît difficilement réalisable ! 10 mesures du même contaminant mais avec des échantillonneurs différents me semblent plus réalisables) afin d'avoir un jeu de données exploitable statistiquement. Les molécules testées seront les métaux, les 16 HAP et certains pesticides comme : atrazine, simazine, DEA / DIA, diuron, isoproturon, linuron, par exemple.

Les laboratoires référents pour les molécules ciblées sont : le Cemagref (métaux, pesticides) et le BRGM (HAP) pour les sites d'eau douce, l'Ifremer (*IFREMER-La Seyne-sur-mer pour métaux ; LPTC- Bordeaux pour pesticides et HAP*) pour le site marin. Les laboratoires référents sont responsables de l'analyse des molécules dans les échantillons ponctuels ou hebdomadaires collectés en parallèle durant la durée d'exposition des échantillonneurs.

En 2010, l'INERIS propose de participer à l'organisation des essais inter-laboratoires en assurant l'interface avec les participants et la publicité par le biais

- du site <http://ineris.fr/eil/>, du site AQUAREF, et des instances de normalisation en charge de la problématique du prélèvement,
- en élaborant les trames de collecte des résultats via ce site (saisie des résultats en ligne) et

- en réalisant le traitement statistique des résultats avec les différents membres d'AQUAREF.
L'INERIS apportera également son support avec le LNE pour l'organisation des contrôles qualité.

Le LNE fournira les solutions de référence pour les 3 classes de molécules visées par l'essai afin d'assurer un raccordement entre les différents laboratoires, pour les 3 sites.

Les résultats seront interprétés par le Cemagref en collaboration avec les collègues du comité d'organisation, en comparaison notamment avec les données de suivi des sites par prélèvement « classique » ponctuel ou automatisé (journalier ou hebdomadaire) durant toute la phase de déploiement.

Livrable 5

2-4 Coordination de la rédaction d'une note de synthèse sur l'applicabilité des échantillonneurs passifs dans le cadre des programmes de surveillance DCE. (Cemagref, BRGM, Ifremer).

La rédaction de cette note de synthèse est prévue sur 2 ans. En 2009, le BRGM a démarré la rédaction en proposant aux autres partenaires une structure pour ce document et en rédigeant une première version « V0 » disponible fin 2009. Cette version sera complétée et finalisée en 2010. Les préconisations et état de l'art en terme de métrologie seront également intégrées dans cette note de synthèse (cf travaux LNE 2009 à compléter).

Livrable 6

2-5 Applicabilité d'outils alternatifs pour les eaux souterraines (BRGM)

Le BRGM propose de tester en conditions réelles sur un site pilote différents types d'outils alternatifs de prélèvement et d'analyse. L'objectif est, sur un site de démonstration choisi en concertation avec une agence de l'eau, de réaliser des campagnes classiques de prélèvement et d'analyse et d'appliquer en parallèle des outils alternatifs (échantillonneurs passifs, kits ELISA) afin de montrer sur un cas réel les avantages et inconvénients de différents outils.

Livrable 7

3- Autres méthodes innovantes de mesure des substances polluantes dans les matrices biologiques (Cemagref)

Objectif : Développer et valider de nouvelles méthodes d'analyse dans les matrices biologiques.

Nous développerons des méthodes analytiques permettant d'extraire et de préconcentrer les pesticides sélectionnés dans les biofilms, qui sont à la base de la chaîne trophique dans les cours d'eau et peuvent se révéler être de bons indicateurs biologiques de pollution.

Analyse des pesticides dans les biofilms : Validation d'une méthode d'analyse de certains pesticides et mise à jour de la fiche méthode (analyse par GC- MS et LC-MSMS).

Les pesticides visés sont les suivants : diuron, dichloroaniline DCA, 3-(3',-dichlorophényl)-1, méthylurée DCPMU, isoproturon, azoxystrobine, tébuconazole, dimétomorphe, carbendazime, procymidone, spiroxamine, chlorfenvinphos, chlorpyrifos éthyl et méthyl, diflufénicanil, norflurazon, norflurazon deméthyl, fénitrothion, flazasulfuron et flufénoxuron. (Cemagref).

Livrable 8

4- Mesures alternatives- (INERIS)

L'activité sur l'introduction des biomarqueurs dans les programmes de surveillance sera poursuivie en 2010. Le groupe de travail « The value of bioassays and biomarkers in water quality

monitoring programmes: strategies for the interpretation of results » mis en place dans NORMAN s'appuiera sur ses travaux réalisés en 2009 (i.e. inventaire des stratégies de biosurveillance et des méthodes disponibles) pour initier une étude de comparaison des méthodes sur des sites du réseau de surveillance de la DCE afin de positionner les biomarqueurs et les bioessais par rapport aux méthodes chimiques et écologiques conventionnelles. Cette activité fera l'objet d'un rapport de veille scientifique relative aux avancées des approches EDA pour la surveillance des substances émergentes. Les travaux actuellement menés par les équipes de recherche à l'INERIS et au Cemagref seront également utilisés.

Livrable 9

Livrables et jalons :

Ces travaux seront accompagnés lorsque cela est possible par une stratégie de publication et communication pour assurer le transfert en direction des services opérationnels, et la validation scientifique des résultats.

1. Rapport bibliographique sur les avancées technologiques des capteurs en continu. **(Cemagref, BRGM)**
2. Fiches échantillonneurs passifs POCIS (bétabloquants, hormones) et SPMD (PCB). **(Cemagref)**
3. Rapport d'étape /note d'application sur les tests POCIS en milieu marin et sur la validation DGT « spécial Hg ». (rapport final / Fiche méthode pour fin 2011) **(Ifremer)**
4. Fiches méthodes SBSE couplée à GC-MS ou LC-MSMS pour l'analyse des pesticides dans les eaux **(Cemagref)**
5. Rapport d'étape sur l'essai inter-laboratoires sur les échantillonneurs passifs **(Cemagref, + Tous)**.
6. Note de synthèse sur l'applicabilité des échantillonneurs passifs dans le cadre des programmes de surveillance DCE. . **(Cemagref, BRGM, Ifremer)**
7. Rapport de synthèse sur les résultats des différentes campagnes effectuées sur le site pilote eau souterraine et sur l'application des outils DGT, ELISA. **(BRGM)**
8. Mise à jour de la fiche méthode pesticides dans les biofilms par GC/MS et LC-MS/MS (avec la validation complétée). **(Cemagref)**
9. Rapport de veille scientifique relative aux avancées des approches EDA pour la surveillance des substances émergentes **(INERIS)**.

Inscrire l'expertise française dans le contexte européen

L'harmonisation au niveau national des opérations techniques conduisant à la production de données rapportées est garante de la qualité des données française et de leur exploitation ultérieure. Dans la perspective d'un rapportage européen il est légitime de prévoir l'extension de cette harmonisation au delà du cadre national.

Il est indispensable d'inscrire l'harmonisation française dans l'harmonisation européenne dès les prémices de celle-ci, afin de défendre les pratiques françaises.

Dans cette ambition, AQUAREF dispose de la légitimité et du réseau partenarial lui permettant de représenter la France à la fois au sein des groupes européens en charge des recherches en métrologie chimique (EMRP : programme de recherche européen en métrologie, par exemple), de la définition des stratégies associées au déploiement des réglementations (groupes d'experts techniques de la DCE) et au sein des groupes techniques en charge de l'élaboration des outils opérationnels de mise en œuvre de ces stratégies (AFNOR, CEN, ISO).

AQUAREF, dans la suite du programme européen EAQC-Wise auquel BRGM et INERIS ont largement contribué, participera activement à la mise en place d'un laboratoire communautaire de référence tel qu'il est aujourd'hui proposé par le Centre commun de recherche d'ISPRA (JRC) : un laboratoire virtuel, plate-forme d'échange des pratiques pour la Directive cadre sur l'eau.

Action n°	III-A-01		
Titre	Méthodes chimiques et biologiques : expertise européenne et normalisation		
Domaine	Inscrire l'expertise française dans le contexte européen		
Thème	expertise européenne		
Missions	Analyser les enjeux européens en termes de développement de méthodes chimiques et de bio-indication		
Contexte	Les experts français des établissements du consortium AQUAREF participent depuis plusieurs années pour le domaine Chimie, depuis 2008 (action spécifique Aquaref) pour le domaine Hydrobiologie, à l'élaboration de positions françaises. Il s'agit ici de coordonner ces actions et d'en faire connaître les enjeux et l'avancement auprès des pouvoirs publics.		
Description Durée prévue de l'action	Animer les groupes d'experts, rédiger des notes de positions ou des avis sur les textes européens, transférer l'information aux partenaires et parties prenantes, coordonner la rédaction d'un guide européen sur l'analyse des biotes et sédiments.		
Responsable AQUAREF	MP STRUB (INERIS, Chimie) , C. CHAUVIN (CEMAGREF, Hydrobiologie)		
Responsable Onema	S. RAUZY		
Autres correspondants Onema et/ou AQUAREF	V.Dulio, (INERIS), C Margoum, P Lepimpec, C Miege, (CEMAGREF), J.P.Ghestem (BRGM), S. Vaslin-Reimann, J.Lachenal(LNE), JF CHIFFOLEAU (IFREMER)		
Acteurs externes	DG ENV/ groupes CMA - EAQC-Wise/PT-WFD - NORMAN AFNOR/CEN/ISO et Laboratoires membres		
Livrables et calendrier	Nature	Utilisateur cible	Date probable de remise
	Note de position et d'enjeux des réunions Notes de synthèse des travaux et produits de sortie des différents groupes, synthèse annuelle des travaux de normalisation en cours (eaux, boues)	ONEMA, DEB, AQUAREF Laboratoires prestataires	Suivant tableau annexé : une proposition avant chaque réunion, un compte rendu après
Actions connexes	Ensemble des actions du programme		

Annexe de la fiche action III-A-01

Méthodes chimiques et biologiques : expertise européenne et normalisation

Contexte

Les experts Français des établissements du consortium AQUAREF participent depuis plusieurs années pour le domaine Chimie, depuis 2008 (action spécifique Aquaref) pour le domaine Biologie, à l'élaboration de positions françaises. Cette action, totalement inscrite dans le cadre d'AQUAREF, permet d'assurer un niveau d'information commun, tant sur les aspects concernant la normalisation, que sur toutes les activités relatives aux groupes de travail ou de recherche européen impliqués dans le monitoring DCE, et de rechercher une position commune en tant que de besoin.

Objectifs

A/Représenter et assister les pouvoirs publics dans les groupes techniques de normalisation en France pour ensuite relayer les positions françaises à l'international.

Le suivi actuel des travaux de normalisation relatifs au domaine chimie, pour le compte des pouvoirs publics, par l'INERIS, et l'IFREMER consiste à :

- proposer aux pouvoirs publics des éléments de stratégie de normalisation nationale pour répondre aux enjeux DCE ;
- transmettre aux pouvoirs publics préalablement aux réunions des commissions de normalisation et des groupes de travail prioritaires correspondants, une note exposant les enjeux de l'ordre du jour et une proposition de conduite à tenir
- assister aux réunions groupes de travail français et internationaux ;
- rédiger un compte-rendu présentant les principaux points de discussion et leurs conclusions.

Les notes de position seront rédigées en 2 versions selon l'importance des réunions :

- une version « verbatim » destinée à l'information de tous les acteurs, diffusée par l'intermédiaire du site web d'AQUAREF. Leur mode de diffusion pourra constituer l'objet d'un premier séminaire de présentation d'AQUAREF aux laboratoires avec comme fil rouge les substances les plus déclassantes, faisant le point sur les besoins issus des discussions européennes et aussi des difficultés inhérentes à l'application en France.
- une version argumentée destinée aux pouvoirs publics diffusée sélectivement.

C'est également dans ce cadre que certains partenaires prendront part à des essais d'intercomparaison de caractérisation de méthodes en cours de validation, par exemple : substances apolaires par CG/SM (INERIS), glyphosate par CL/SM² (CEMAGREF/INERIS), spéciation de l'arsenic dans les eaux (INERIS). (NB : la participation à ces différentes études collaboratives est fonction de leur planification, diffusée mais non gérée par AQUAREF).

En ce qui concerne l'hydrobiologie, l'enjeu réside dans la mise au point d'une stratégie et d'un programme de normalisation nationale, complétés par un appui scientifique et technique visant à :

- disposer dans un délai compatible avec les prescriptions DCE de méthodes normalisées couvrant l'ensemble des éléments de qualité biologique dans les différents catégories de masses d'eau ;
- mettre en cohérence les normes existantes et nouvelles avec le contexte DCE (en particulier l'application prévue de la démarche qualité) ;

- anticiper la publication et l'évolution des normes européennes sur ce sujet

L'action AQUAREF dans le domaine de la normalisation en Hydrobiologie, prise en charge par le Cemagref, se décline en deux types complémentaires :

- Présider la commission T95F
- formaliser et proposer à la normalisation les protocoles techniques développés pour les différents éléments de qualité biologique visés par la DCE (pour les eaux continentales rivières et plans d'eau, eaux littorales, eaux de transition).

Le tableau ci-après résume les activités couvertes par ces suivis et animations de groupes¹.

¹ Remarque : les partenaires AQUAREF ont, pour certains, une implication en normalisation à titre individuel dans le cadre de ses activités propres.

Le BRGM participe activement aux activités françaises de normalisation en relation avec AQUAREF. Il intervient notamment dans la commission T91E dans laquelle il a été chargé de rédiger un guide sur le prélèvement en eau souterraine. Il a également une participation forte dans la commission T90Q dans laquelle il participe aux différents groupes de travail sur la validation des méthodes et sur les incertitudes de mesure. Enfin il participe aux commissions T91F et T91M pour la normalisation des méthodes d'analyses minérales et organiques.

Pour sa part, Le LNE, dans le même contexte, participe activement à la commission T90L, et à plusieurs autres commissions en regard avec ses activités en relation avec AQUAREF (T90A, T90Q, T91E, T91M).

	Nom Commission	Responsable Téléphone - Courriel	Partenaire	Fréquence
ANALYSES DES EAUX	AFNOR			
	T90A "Qualité de l'Eau - général"	MP. Strub 03 44 55 66 16 - 06 10 86 02 96 marie-pierre.strub@ineris.fr	INERIS	semestrielle
	T90L « mesures en continu pour l'eau »	J. Lachenal jacques.lachenal@lne.fr 01 40 43 39 39 – 06 85 36 86 92	LNE	A définir en fonction du Joint WG CEN/TC 230-CEN/TC 264 ²
	T90Q "Contrôle Qualité" (incertitudes mesures)	MP. Strub	INERIS	trimestrielle
	T91B "Eaux-paramètres de base"	A. Papin 03 44 55 68 09 arnaud.papin@ineris.fr	INERIS	semestrielle
	T91E "Eaux- Échantillonnage et conservation"	B. Lepot 03 44 55 68 14 benedict.lepot@ineris.fr	INERIS	trimestrielle
	T91F "Micropolluants minéraux"	K. Tack 03 44 55 69 12 - 06 26 78 78 60 karine.tack@ineris.fr	INERIS	annuelle
	T91G "eaux marines"	JF. Chiffolleau 02 40 37 41 77 Jean.Francois.Chiffolleau@ifremer.fr	IFREMER sous réserve de financements	à définir
	T91M "Micropolluants organiques"	MP. Strub	INERIS	trimestrielle + GTs ad hoc dont diquat/ paraquat
	T90B "Bio surveillance de l'environnement" ³	A définir suite au départ de Mme Quiniou (IFREMER)		semestrielle
	T95E "Ecotoxicologie" sous groupe écotoxicologie aquatique (partie aquatique) ⁴	A définir suite au départ de Mme Quiniou (IFREMER)	()	semestrielle
	T95F "Qualité écologique des milieux aquatiques"	C. Chauvin 05 57 85 27 27 Christian.C Chauvin@cemagref.fr	CEMAGREF	Trimestrielle + GT ad hoc
	Comité d'Orientation Stratégique 16			
Eau, milieu & usages	MP. Strub	INERIS	semestrielle	

² Ce comité a été mis en sommeil en 2009, mais au vu du projet de schéma de certification des matériels de mesure en continu (cf joint entre un WG du CENTC230 et le CENTC264-WG22), son activité devrait reprendre en 2010

³ Présidence assurée par l'INERIS hors convention ONEMA (E. Thybaud-03 44 55 67 10-eric.thybaud@ineris.fr)

⁴ Présidence assurée par l'INERIS hors convention ONEMA (P. Pandard-03 44 55 67 19-pascal.pandard@ineris.fr)

CEN TC 230 "qualité de l'eau"			
TC230 - commission plénière	MP. Strub	INERIS	annuelle
WG1 « analyse de l'eau - analyse des substances prioritaires de la DCE suivant des méthodes normalisées »	MP. Strub	INERIS	annuelle
WG2 « méthodes biologiques »	C. Chauvin	CEMAGREF	annuelle
Joint WG TC230/CEN TC264 WG22 "certification des matériels de mesure en continu"	LNE	LNE	annuelle
ISO 147 "Qualité de l'eau, méthodes physiques, chimiques et biologiques"			
SC5 "Méthodes biologiques" (hors convention ONEMA)	P. Pandard 03 44 55 67 19 pascal.pandard@ineris.fr	INERIS	18 mois
SC5 "Méthodes biologiques" - WG10 Méthodes statistiques (hors convention ONEMA)			
SC2 "Méthodes d'analyses chimiques" chimiques (WGs 15, 17, 19, 48, 53, 55 , 56, 57, 59)	MP. Strub	INERIS	18 mois

en gras : **présidences**

ANALYSE DES BOUES	AFNOR "caractérisation des boues"			
	P16P "Caractérisation des boues"	M.P. Strub	INERIS	semestrielle
	GT1 Méthodes analyses	MP. Strub	INERIS	semestrielle
	AFNOR ENV "coordination des méthodes environnementales"			
	ENV Coordination de méthodes de mesures environnementales	MP. Strub	INERIS	semestrielle
	CEN BT/PC 151 "Normes transversales aux champs des boues, bio-déchets et sols"			
	PC151 / WG2 projet HORIZONTAL - éléments traces+ nutriment	K. Tack	INERIS	semestrielle
	PC151 / WG1 projet HORIZONTAL - micropolluants organiques et spéciaux	MP. Strub	INERIS	
	CEN TC 308 "Boues"			
	CEN plénière Boues TC 308	MP. Strub	INERIS	semestrielle
	WG1/TG6 "Analyse des boues - éléments traces+ nutriments"	K. Tack	INERIS	semestrielle
	WG1/TG4 "Analyse des boues - Micropolluants organiques"	MP. Strub	INERIS	semestrielle
	WG2 "Boues - Guides de bonnes pratiques"	B. Schnuriger 03 44 55 67 92 benoit.schnuriger@ineris.fr	INERIS	quadrimestrielle
	<i>finalisation du guide 10</i>			
	<i>révision des guides 2 & 4</i>			
Tutelle	Coordination de la délégation de suivi des commissions de normalisation	MP. Strub	INERIS	annuelle

en gras : **présidences**

B / Elaborer des positions communes pour les groupes d'experts relatifs aux activités européennes de monitoring (CMA, PT-WFD)

AQUAREF sera le relais Français des activités européennes du nouveau groupe qui prend la suite du CMA à partir de 2010.

Les activités Françaises menées par AQUAREF sur les prélèvements et l'assurance qualité seront poursuivies avec une implication de plus en plus forte de la France sur ces 2 sujets en particulier

Livrables et jalons :

Note de position et d'enjeux des réunions qui seront diffusées sur le site AQUAREF pour information des acteurs et pour réactions selon les enjeux.

Notes de synthèse des travaux et produits de sortie des différents groupes, dont synthèse annuelle des travaux de normalisation en cours (eaux, boues).

Tableau Récapitulatif des livrables 2010 par action

Référence de l'action	Titre	Livrables
I-A-01	Amélioration des méthodes de prélèvements pour les paramètres physico-chimiques	1. Note de recommandations suite à réunion de restitution de l'Essai eau souterraine et publication scientifique (BRGM, LNE)
		2. Note sur l'impact de la filtration sur site ou au laboratoire pour l'analyse des métaux (LNE, BRGM, INERIS)
		3. Rapport sur l'essai plan d'eau (INERIS, LNE)
		4. Cahier des charges de l'essai prélèvements effluents (INERIS, CEMAGREF)
I-A-02	Amélioration des méthodes d'analyses chimiques	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Analyse des eaux :</i>
		1-Note de synthèse sur les méthodes d'analyse des substances organiques compatibles DCE (BRGM, INERIS, LNE)
		2-Méthodes manquantes : rapports d'étape dans le cadre du mandat M424. (BRGM, INERIS)
		3-Rapport sur la définition d'une méthode pour l'analyse de molécules très polaires (LNE).
		4- fiches méthodes diffusées sur le site AQUAREF : Nonylphénols, musk xylènes, bentazone, mecoprop, Glyphosate/AMPA par analyse en ligne. (INERIS, BRGM, LNE, Cemagref)
		5-Note de synthèse sur l'influence des MES sur les résultats d'analyse des eaux et propositions techniques pour leur prise en compte.
		<ul style="list-style-type: none"> • <i>Analyse des sédiments et du biote :</i>
		6-Validation des meilleures conditions d'extraction pour les sédiments : pesticides sélectionnés, chloroalcanes, nonylphénols.
		7-Notes d'évaluation de l'applicabilité de l'ICP/MS à l'analyse des OTC et PBDE dans les sédiments.
		8-Fiches méthodes pesticides dans les sédiments et les matières en suspension.
9-Fiches de synthèse bibliographique méthodes (substances polluantes hydrophobes/matrice sélectionnées)		
10- Tableau de synthèse sur les méthodes robustes existantes pour l'analyse de substances pertinentes sélectionnées dans les sédiments et le biote.		

Référence de l'action	Titre	Livrables
I-A-03	Amélioration des pratiques intégrées des opérateurs en prélèvement et d'analyses chimiques	1- Rapport essai inter laboratoires HAP et note synthétique (INERIS)
		2- Collaboration avec les OCILs français : note synthétique sur les avancées 2010 (LNE, BRGM, INERIS)
		3- Rapport avec notes de synthèse associées sur l'essai TBT organisé par un OCIL et valeur ajoutée des solutions de référence (LNE)
		4- Rapport de synthèse sur les résultats de l'essai d'aptitude eaux résiduaires (LNE).
		5- Révision des fiches « substance » pour y incorporer les éléments pertinents de traçage de la chaîne du froid pour les paramètres organiques et physiques (INERIS)
		6- Cahier des charges d'une formation technique à mettre en œuvre en 2011 sur les familles [phtalates et OTC] (INERIS)
		7- Formation qualifiante des préleveurs : 1 session de validation à destination des commanditaires et une session à destination des structures de prélèvement (INERIS, BRGM pour participation à la conception de la partie théorique)
		8- Cahier des charges d'une formation eaux souterraines (BRGM)
		9- Cahier des charges d'une formation eaux rejets canalisés (Cemagref)
		10- Rapport sur l'enquête sur la pratique des blancs pour 5 classes de molécules organiques : note résumant les résultats d'une enquête conduite auprès de laboratoires concernés , leur interprétation et proposition d'axes d'amélioration pour harmoniser les pratiques. (LNE)
		11- Elaboration de guides pratiques de calcul des incertitudes : Tome 1 : aspects généraux communs à tous les calculs (juin 2010) ; T2 : application à la mesure du pH sur site, retour d'expérience des essais collaboratifs prélèvements de 2007 (eaux de surface) et 2009 (eaux souterraines (décembre 2010)).(LNE)
		12- Rapport (version A) sur l'EIL international, puis publication des CMC correspondantes (LNE)
		13- Rapport (version A) sur les résultats du questionnaire de la CCQM P37.1 et rapport final ou article revue métrologie (LNE)
		14- Rapport complémentaire au document DMSI 5 15- rapport sur faisabilité approche métrologique pour le suivi des paramètres physico-chimiques d'une eau souterraine

Référence de l'action	Titre	Livrables
I-A-04	Consolidation et mise au point de méthodes de bio-indication et transfert aux opérateurs.	1- Guide méthodologique pour l'application de l'IBD 2007 (version finale),
		2-Guide d'aide à l'identification taxonomique des macrophytes (algues),
		3- Identification des documents à mettre en chantier et des formations à prévoir (compléments),
		4- Projets soumis à la normalisation - documents de travail des GT ad'hoc, documents de travail de la CN AFNOR (macrophytes plans d'eau, échantillonnage phytoplancton, échantillonnage poissons en estuaires),
		5- Formation des opérateurs (stages),
		6- Mise à disposition des documents méthodologiques et de formation (suites), selon moyens adaptés à chaque action.
		7- Notes techniques et compte-rendu des réunions des groupes ad hoc (normalisation, démarche qualité, bancarisation).
I-B-01	Appui aux donneurs d'ordre pour la surveillance milieu	1. Fiches substances restantes de la DCE (INERIS, BRGM, Cemagref)
		2. Synthèse des exigences analytiques des guides et directives DCE (LNE, BRGM, INERIS)
		3. Prescriptions techniques à destination des agences et grille d'exploitation actualisés. (INERIS)
		4. Assistance à l'ONEMA pour la visite des laboratoires agréés et comptes rendus (INERIS, BRGM, LNE)- rapport de synthèse sur les visites (INERIS, BRGM)
		5. V0 Guide prélèvement Sédiments/biote (Cemagref)
I-B-02	Appui aux donneurs d'ordre pour la surveillance des rejets	1- Note sur l'avancement des travaux des groupes ad hoc "rejets canalisés" (Cemagref, INERIS)
		2- Rapport sur l'approche expérimentale prévue pour faire la détermination des incertitudes liées aux échantillonneurs automatiques, et son organisation (LNE).
		3- CR groupe de travail sur la « Mesure des contaminants dans les rejets canalisés »
		4- Programme de la 3ème journée d'échange du groupe de travail sur la « Mesure des contaminants dans les systèmes d'assainissement ».
		5- Rapport (ou article) sur l'interprétation physico-chimique des rendements d'élimination des substances prioritaires et émergentes (exploitation complémentaire des données du projet ANR Ampères).(Cemagref)

Référence de l'action	Titre	Livrables
I-B-03	Appui aux donneurs d'ordre pour la surveillance des rejets	1 - Rapport d'avancement des actions SEEE (INERIS-CEMAGREF)
		2 - Rapport sur l'expression de besoins relatifs à la codification des données et aux scénarios d'échanges à partir des bases existantes (INERIS)
		3 - Cahier des charges pour le SANDRE en lien avec la BNVD (INERIS)
		4 - Mise a jour des codes paramètres dans la base sandre (INERIS-BRGM)
		5 - Mise en place d'une liste sandre de famille de paramètres pour l'ensemble des paramètres physico-chimiques de la base sandre (INERIS-BRGM)
		6 - Proposition et mise en place d'un nouveau référentiel pour la codification des méthodes (LNE)
II-A-01	Amélioration des connaissances sur les substances émergentes	1-Notes d'avancement des travaux NORMAN par domaine d'activité (INERIS)
		2- Fiches synthétiques par projet sur les programmes de surveillance des substances émergentes dans les milieux aquatiques en France, suivant le format utilisé dans la base de données de NORMAN (EMPOMAP). (Cemagref, INERIS, BRGM)
		3 -Compilation dans la base de données de NORMAN (EMPODAT) de données sélectionnées de programmes de surveillance sur les substances émergentes dans les eaux de surface et les eaux souterraines en France. (INERIS, BRGM, Cemagref)
		4- Grille d'analyse des outils de priorisation et liste de critères (INERIS)
		5- méthodologie pérenne de choix / hiérarchisation des substances à surveiller dans le milieu aquatique (INERIS)
		6- Fiche Méthode sur l'analyse des bétabloquants dans les boues. (Cemagref)
		7-2 fiches méthodes : bétabloquants dans les boues et PFC dans les mollusques (famille a valider) Cemagref
		7- Cahier d'ers charges sur un essai-interlaboratoires sur les pharmaceutiques dans les eaux (Cemagref, BRGM, INERIS).

Référence de l'action	Titre	Livrables
II-B-01	Développement et optimisation de méthodes et technologies innovantes de prélèvement et d'analyse	1- Rapport bibliographique sur les avancées technologiques des capteurs en continu. (Cemagref)
		2- Fiches méthodes sur échantillonneurs passifs POCIS (pharmaceutiques, hormones) et SPMD (PCB) (Cemagref)
		3- Rapport d'étape sur les tests POCIS "matériau limitant le fouling", tests POCIS "agitation in situ", tests et validation DGT « spécial Hg ». (rapport final fin 2011) (Ifremer)
		4- Fiche méthode SBSE couplée à GC-MS ou LC-MSMS pour mesure pesticides dans les eaux. (Cemagref)
		5- Rapport préliminaire sur l'essai inter-laboratoires sur les échantillonneurs passifs (Cemagref, + Tous).
		6- Note de synthèse sur l'applicabilité des échantillonneurs passifs dans le cadre des programmes de surveillance DCE. . (Cemagref, BRGM, Ifremer)
		7- Rapport de synthèse sur les résultats des différentes campagnes effectuées sur le site pilote eau souterraine et sur l'application des outils DGT, ELISA(BRGM)
		8-Mise à jour de la fiche méthode pesticides dans les biofilms par GC/MS et LC-MS/MS (avec la validation complétée). (Cemagref)
		19- Analyse comparative des biomarqueurs et des méthodes classiques pour l'évaluation de l'état des eaux (INERIS)
III-A-01	Méthodes chimiques et biologiques : expertise européenne et normalisation	1- Note de position et d'enjeux des réunions qui seront diffusées sur le site AQUAREF pour information des acteurs et pour réactions selon les enjeux.
		2 -Notes de synthèse des travaux et produits de sortie des différents groupes, dont synthèse annuelle des travaux de normalisation en cours (eaux, boues).